

THESE

présentée à

L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS

Pour obtenir le titre de

DOCTEUR

en Sciences et Génie des Matériaux

par

Danièle AYRAULT

FLUAGE A HAUTE TEMPERATURE DE SUPERALLIAGES BASE NICKEL MONOCRISTALLINS

SOUTENUE

1e 8 Décembre 1989

JURY

A. ZAOUI
E. BACHELET
M. CONDAT
N. CLEMENT
T. KHAN
L. REMY
J.L. STRUDEL

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur

A Julien,

A ses grands parents,

"Il ne parle pas. C'est-à-dire qu'il ne parle pas le même langage que les hommes.... Peut-être qu'il parle avec le bruit léger du vent qui vient du fond de l'espace, ou bien avec le silence entre chaque souffle du vent. Peut-être qu'il parle avec les mots de la lumière, avec les mots qui explosent en gerbes d'étincelles sur les lames des pierres, les mots du sable, les mots des cailloux qui s'effritent en poudre dure, et aussi les mots des scorpions et des serpents qui laissent leurs traces légères dans la poussière. Il sait parler avec tous ces mots là, et son regard bondit d'une pierre à l'autre, vif comme un animal, va d'un seul mouvement jusqu'à l'horizon, monte droit dans le ciel, plane plus haut que les oiseaux..."

"Désert", LE CLEZIO

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été effectué au Centre P.M. Fourt de l'Ecole des Mines de Paris dirigé par Monsieur J.P. TROTTIER.

La DRET, TURBOMECA et la SNECMA ont financé ces études effectuées dans le groupe de recherche "Déformation Plastique et Fluage". J'adresse à J.L. STRUDEL toute ma gratitude et ma profonde sympathie pour les larges horizons scientifiques et "mystiques" qu'il m'a permis de découvrir.

J'exprime ma plus vive reconnaissance à Monsieur A. ZAOUI, Professeur à l'Université Paris-Nord, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse et duquel j'avais pu apprécier au cours de mes études le talent de professeur ainsi que la gentillesse.

Je remercie vivement Monsieur E. BACHELET, Chef de service au Laboratoire YKO de la SNECMA et Monsieur M. CONDAT, Directeur de Recherche au CNRS, d'avoir bien voulu être rapporteurs de cette thèse. De même, mes remerciements vont à Madame N. CLEMENT, Chargée de recherche au CNRS, Monsieur T. KHAN, Chef de service à l'ONERA, et Monsieur L. REMY, Directeur de recherche au CNRS, qui ont bien voulu être membres du jury.

Tout mon savoir "monocristallin" m'a été transmis par Monsieur A. FREDHOLM, que je remercie plus spécialement.

Je remercie C. DEVAUX et J.Y. GUEDOU du laboratoire SNECMA YKO pour les fructueux échanges d'idées et Monsieur DELAVAL pour les essais de compression qu'il a eu la gentillesse d'effectuer.

Un grand merci à S. LAY et P. VERMET pour l'aide qu'ils m'ont apportée en analyse d'images ainsi qu'à F. LENOIR et S. LAURENT pour le soutien technique.

Un chaleureux merci à D. BLONDEAU pour sa dextérité et surtout sa patience pour la frappe du manuscrit.

Enfin, je remercie les personnes suivantes pour la sympathie qu'ils m'ont toujours témoignée : R. LOCICERO, F. SAINT-ANTONIN, D. BORTZMEYER, D. LESTRAT, D. BECHET, J.C. EHRSTROM, M. DIFANT, R. MOLINS, A. THOREL et la formidable équipe de l'atelier qui a toujours su répondre à tous les problèmes en gardant sa bonne humeur.

S O M M A I R E

I - INTRODUCTION	1
II - NATURE DES ALLIAGES	4
II.1. COMPOSITION CHIMIQUE	4
II.2. TEMPERATURES DE TRANSFORMATION	5
II.3. MICROSTRUCTURE DES ALLIAGES APRES ELABORATION MONOCRISTALLINE, AXE DE CROISSANCE PRIMAIRE [001]	6
II.4. TRAITEMENTS THERMIQUES	7
II.4.1. Alliage CMSX-2	7
II.4.2. Alliages AM1 référence et AM1 dopé au Bore	7
II.5. ANALYSES A LA MICROSONDE ELECTRONIQUE : REPARTITION DES ELEMENTS D'ALLIAGE	8
II.5.1. Principe de la méthode d'analyse des compositions	8
II.5.2. Effet du temps de maintien à la température de remise en solution sur les concentrations en coeur de dendrite et dans l'espace interdendritique des éléments de l'alliage CMSX-2	9
II.5.3. Effet d'une addition de Bore sur la répartition des éléments majeurs de l'AM1	10
II.6. REMARQUES FINALES	10
III - EFFET DU BORE SUR LE FLUAGE DE L'AM1 <001> A 1050°C ET A 760°C	12
III.1. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	12
III.2. FLUAGE A HAUTE TEMPERATURE DE L'AM1 <001> DOPE AU BORE	15
III.2.1. Courbes de fluage	15
III.2.2. Etude de la coalescence orientée	16
III.2.2.1. Variations d'épaisseur de la matrice γ et de la phase γ'	17

III.2.2.2. Evolution du nombre de connexité de la matrice γ	18
III.2.2.2.1. Rôle du Bore	18
III.2.2.2.2. Relation entre $N_c(\gamma)$ et comportement mécanique de ces alliages en fluage	19
III.2.2.3. Conclusions partielles	20
III.2.3. Mécanismes de déformation par MET	20
III.2.3.1. Etat initial avant fluage	20
III.2.3.2. Alliage au Bore, premiers instants du fluage, $\varepsilon_f < 0,18\%$	21
III.2.3.3. Alliage au Bore, $\varepsilon_f = 0,18\%$ (6h)	21
III.2.3.4. Alliage de référence, premiers instants de fluage	22
III.2.3.5. Alliage de référence, $\varepsilon_f = 0,1\%$ (6h)	22
III.2.3.6. Stade de fluage secondaire	23
III.2.3.7. Stade de fluage tertiaire	24
III.2.4. Mise en évidence du rôle du Bore	24
III.2.4.1. Récapitulation des différences observées en début de fluage entre l'AM1 référence et l'AM1 dopé au Bore par MET	24
III.2.4.2. Evaluation de la densité de dislocations	25
III.2.4.3. Détection du Bore en solution solide	25
III.2.4.4. Récapitulation de l'effet du Bore lors du fluage de l'AM1 à 1050°C sous 140 MPa	26
III.3. FLUAGE A MOYENNE TEMPERATURE, 760°C	26
III.3.1. Effet du Bore lors du fluage à 760°C sous 750 MPa pour une orientation proche de $\langle 001 \rangle$	27
III.3.2. Influence de la désorientation par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$	28
III.3.3. Effet de la contrainte sur le fluage de l'AM1 et l'AM1 + B à 760°C	29
III.4. INTERPRETATION DU ROLE DU BORE DURANT LE FLUAGE DE L'AM1 A 1050°C ET 760°C	30
III.5. CONCLUSIONS	34

IV - TENSION OU COMPRESSION [001] EN FLUAGE A 1050°C DE SUPERALLIAGES BASE NICKEL MONOCRISTALLINS	35
IV.1. INTRODUCTION	35
IV.2. ETUDE DU FLUAGE COMPRESSION DE L'AM1 ET DU CMSX-2 <001> A 1050°C	36
IV.2.1. Comportement macroscopique	36
IV.2.2. Morphologies de coalescence après fluage compression	37
IV.3. EFFET D'UNE PREDEFORMATION EN COMPRESSION SUR LE COMPORTEMENT EN FLUAGE TENSION	38
IV.3.1. Courbes de fluage	38
IV.3.2. Evolution microstructurale des phases après fluage tension sur éprouvettes prédéformées en compression	38
IV.4. STRUCTURES DE DISLOCATIONS APRES FLUAGE COMPRESSION A 1050°C SOUS 140 MPA ($\epsilon_c = 0,23\%$)	40
IV.5. INTERPRETATION DES RESULTATS	40
IV.6. CONCLUSION	43
V - INFLUENCE DE L'ORIENTATION CRISTALLOGRAPHIQUE SUR LE FLUAGE DE L'AM1 A 950°C SOUS 240 MPA	44
V.1. RESULTATS DE FLUAGE	45
V.2. MORPHOLOGIES DE COALESCENCE LORS DU FLUAGE A 950°C SOUS 240 MPA	47
V.2.1. Orientation <001>	47
V.2.2. Orientation <111>	48
V.2.3. Orientation <110>	49
V.3. ETUDE DES MECANISMES DE DEFORMATION PAR MET	49
V.3.1. AM1 <001>, $\epsilon_f = 0,2\%$	49
V.3.2. AM1 <111>, $\epsilon_f = 0,12\%$	50
V.3.3. AM1 <011>	52
V.3.3.1. Etat peu déformé, $\epsilon_f = 0,02\%$	52
V.3.3.2. AM1 <011>, $\epsilon_f = 0,1\%$ (219h)	52

V.4. INTERPRETATION DES RESULTATS	53
V.5. CONCLUSIONS	55
 VI - ROLE DE LA CONTRAINTE ET DE LA TEMPERATURE DANS LE COMPOR- TEMENT EN FLUAGE DES MONOCRISTAUX DE SUPERALLIAGES BASE NICKEL VERS 1000°C	 56
VI.1. APPROCHE MACROSCOPIQUE	56
VI.1.1. Courbes de fluage	56
VI.1.2. Etude de la sensibilité à la contrainte pour les différents alliages	58
VI.2. APPROCHE MESOSCOPIQUE : ETUDE DE LA COALESCENCE ORIENTEE	60
VI.2.1. Morphologie des plaquettes	60
VI.2.2. Evolution du nombre de connexité de $\gamma = N_c(\gamma)$	61
VI.2.2.1. Etude des différents stades du fluage	61
VI.2.2.2. Examen global des courbes de $N_c(\gamma)$ en fonction du temps de fluage à 950°C et de la déformation de fluage à 1050°C	62
VI.2.3. Analyse quantitative de l'épaississement de la matrice γ le long d'une direction parallèle à l'axe de la contrainte	62
VI.2.4. Récapitulation des résultats	63
VI.3. APPROCHE MICROSCOPIQUE PAR L'ETUDE DES STRUCTURES DE DISLOCATIONS AU COURS DU FLUAGE	64
VI.3.1. Rappel du modèle de fluage à 1050°C	64
VI.3.2. Etude des mécanismes de déformation sur le CMSX-2 flué à 950°C	65
VI.3.2.1. Fluage sous 240 MPa	65
VI.3.2.1.1. Effet de la désorientation par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ sur le fluage du CMSX-2	65
VI.3.2.1.1.1. Courbes de fluage	65
VI.3.2.1.1.2. Stade primaire	66
VI.3.2.1.1.3. Stade secondaire	66
VI.3.2.1.2. Comparaison avec le modèle de fluage à 1050°C	67

VI.3.2.2. Fluage sous 350 MPa	67
VI.3.2.2.1. Structure de dislocations en début de fluage (15 min) après 0,1% de déformation	67
VI.3.2.2.2. Etat déformé de 0,34% (1h)	67
VI.3.2.3. Récapitulatif sur l'effet de la contrainte en fluage à 950°C	68
VI.4. SYNTHESE DES RESULTATS PAR LES DIFFERENTES APPROCHES	68
 VII - CONCLUSION GENERALE	 70
 BIBLIOGRAPHIE	 74
 ANNEXES	 79

CHAPITRE I

INTRODUCTION

I - I N T R O D U C T I O N

Le rendement thermique des turboréacteurs et par conséquent leur consommation et leur poussée spécifique sont conditionnés par la température des gaz à l'entrée de la turbine (TET). L'augmentation progressive de cette dernière s'est effectuée au rythme de 15°C par an au cours des dernières décennies (1). Actuellement, elle atteint une valeur aux alentours de 1450°C sur moteur civil. Une augmentation de 50°C de la TET permet d'améliorer de 10% la poussée spécifique d'un moteur militaire comme le M88 étudié par la SNECMA (2).

Des progrès à la fois sur les caractéristiques des matériaux et sur la structure interne des aubes de turbine ont permis d'obtenir ce gain sur la TET.

Les aubes mobiles sont soumises à des accélérations centrifuges de 100 000 g et à des séquences très courtes de chauffage au démarrage et de refroidissement à l'arrêt. Ceci est à l'origine de deux types d'endommagement :

- l'endommagement par fluage, dont la part relative est estimée à 2/3,
- 1/3 dû à la fatigue thermique occasionnée par les variations de régime.

Les superalliages base nickel monocristallins répondent à ces exigences jusqu'à des températures proches de leur point de fusion et possèdent de plus une excellente résistance à la corrosion.

En effet, la présence d'un certain nombre d'éléments d'addition dans la matrice γ de structure CFC apporte un durcissement de solution solide.

Le durcissement structural très important et efficace même à très haute température (3) est obtenu par l'existence d'un composé intermétallique Ni_3Al (le Ti, le Ta et le Nb pouvant se substituer à l'aluminium) de structure L1_2 sous forme de précipités γ' cohérents avec la matrice.

La suppression dans ces superalliages des éléments renforçateurs des joints de grains a permis de porter à 70% la fraction volumique de γ' et de faire progresser ainsi de 40 à 50°C la résistance au fluage par rapport à celle d'alliages à solidification colonnaire.

En 1979, la SNECMA en association avec IMPHY S.A. et les laboratoires de l'ONERA et du Centre des Matériaux de l'ENSMP a développé ainsi une famille de

matériaux AM1, AM3 et AM4. L'AM1 dont la composition a été brevetée (4) assure un compromis équilibré entre propriétés de mise en oeuvre, essentiellement coulabilité et adaptabilité aux traitements thermiques et d'autres propriétés d'usage comme la tenue mécanique et la résistance à l'environnement (5).

A. Fredholm a étudié dans le détail le comportement de monocristaux d'alliages base nickel en fluage à haute température et a établi une relation avec la composition et la microstructure (6). Ainsi, à l'issue de ce travail, il s'est avéré que la meilleure résistance au fluage tension à 1050°C de monocristaux $\langle 001 \rangle$ est obtenue pour les alliages conservant une fraction volumique de phase γ' élevée et possédant un écart paramétrique $\delta = 2 \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}}$ suffisamment négatif (environ -2 à 3×10^{-3}).

On a recherché dans cette étude l'influence de certains paramètres tels que les additions mineures, l'orientation cristalline et le niveau de contrainte sur le comportement en fluage à haute température (950°C-1050°C).

Tout d'abord, dans le chapitre III, nous verrons quel peut être le rôle d'une addition de 185 ppm de Bore dans l'alliage AM1 au cours du fluage tension $\langle 001 \rangle$ à 1050°C. Cet élément, dont la présence est évitée dans les monocristaux car elle abaisse notamment la température de fusion de l'alliage, peut cependant se trouver accidentellement à l'état de traces dans une coulée.

Un deuxième volet de cette étude concerne l'effet d'une contrainte de compression sur ces matériaux $\langle 001 \rangle$ à 1050°C. En effet, de telles contraintes sont générées lors d'un cycle de fonctionnement du moteur. Il s'agit également de vérifier s'il est possible d'augmenter la durée de vie en traction d'un matériau par un fluage préalable en compression. Nous répondons à cette question dans le chapitre IV.

Nous avons coutume d'étudier des monocristaux $\langle 001 \rangle$. En effet, leur module d'Young dans cette direction est le plus faible et leur comportement en fatigue oligocyclique est d'autant plus favorable. Que se passe-t-il lorsque l'orientation de la contrainte de fluage varie ? Comment évolue la microstructure ? Ceci fait l'objet du chapitre V dans lequel l'influence de l'orientation cristallographique est mise en évidence sur l'alliage AM1 flué à 950°C sous 240 MPa.

Enfin, à des températures plus basses (950°C) mais sous des contraintes plus élevées, existe-t-il toujours une relation simple entre comportement macroscopique et microstructure comme à 1050°C ? (6). C'est l'objet du chapitre VI, d'examiner le rôle de la contrainte dans l'évolution microstructurale et la cinétique de fluage.

L'objectif de cette recherche était donc de tenter de cerner de plus près le comportement en fluage de ces alliages en se rapprochant finalement mieux de la réalité aussi bien au niveau de la composition chimique qui peut présenter de légères variations volontaires ou involontaires en éléments mineurs qu'au niveau des efforts mécaniques complexes que ces pièces subissent en fonctionnement ainsi que les variations de température.

Les résultats obtenus nous permettront de répondre à deux questions essentielles :

- 1) La mise en radeaux de la microstructure est-elle plutôt plus résistante au fluage ?
- 2) Quel est le rôle des dislocations induites par la déformation plastique dans la résistance au fluage ou la dégradation du matériau ?

CHAPITRE II

NATURE DES ALLIAGES

II - NATURE DES ALLIAGES

II.1. COMPOSITION CHIMIQUE

Certains éléments comme le carbone, le bore, le zirconium et le hafnium ont pour effet de renforcer les joints de grains dans les superalliages base nickel polycristallins destinés à des applications à haute température. Avec l'avènement des alliages monocristallins présentant des propriétés mécaniques supérieures, une nouvelle palette d'éléments entrant dans la composition chimique a dû être mise au point. En effet, la première nécessité consistait à éliminer les éléments durcisseurs de joints de grains n'existant plus dans les monogranulaires; de plus, leur introduction abaissant le point de fusion de l'alliage, leur utilisation se limitait à des températures moins élevées. La deuxième priorité concernait l'obtention d'une fraction volumique de phase durcissante γ' plus importante.

Ainsi, les alliages monocristallins à base de nickel sont tous constitués par les mêmes éléments majeurs en teneur variable suivant les nuances.

Les éléments pouvant former une solution solide dans la matrice doivent posséder dans cette dernière une solubilité à l'état solide raisonnable et des coefficients de durcissement excellents (7). Le tableau II.1. propose différents éléments qui permettent d'améliorer les propriétés mécaniques et on remarque qu'effectivement, des éléments comme le tungstène, le molybdène et le chrome peuvent rester en solution solide dans la matrice. Ce dernier élément apporte aussi une excellente protection contre la corrosion et l'oxydation aux températures intermédiaires (jusqu'à 800°C) par la formation en surface d'oxydes de chrome.

Une autre possibilité pour durcir un matériau est d'augmenter la résistance au déplacement des dislocations par la présence d'une phase précipitée. Des éléments tels que l'aluminium, le titane, le niobium et le tantale peuvent former des composés de type Ni_3X qui restent très stables et ordonnés même à très haute température. L'aluminium assure la stabilité de la structure cubique ordonnée $L1_2$ de la phase γ' , les autres éléments pouvant venir se substituer à celui-ci. De plus, il favorise une bonne tenue à l'oxydation à haute température en protégeant la surface de l'alliage par une couche d'alumine.

Element i	Melting temperature (K)	% Change in the lattice parameter of nickel per atom % solute	$\frac{(d_i - d_{Ni})100}{d_{Ni}}$ *	Separation between the groups for nickel and the solute in the periodic table	Change of flow stress ($\epsilon = 0.0002$) per atom % solute, (MPa at % ⁻¹)
W	3650	0.135	10.0	4	16.5
Re	3453		10.0	3	
Os	3300	0.027	7.5	2	
Ta	3269		14.5	5	
Mo	2890	0.116	9.5	4	14.2
Nb	2740	0.169	14.5	5	
Ir	2727		9.0	1	
Ru	2700		6.5	2	
Tc	2490		8.5	3	
Rh	2239		8.0	1	
V	2190	0.049	5.2	5	
Cr	2176	0.032	0.2	4	4.9
Pt	2043	0.157	11.5	0	
Ti	1940	0.095	16.0	6	22.7
Pd	1823	0.136	10.5	0	
Fe	1809	0.031	1.3	2	3.3
Co	1768	0.005	0.2	1	0.3
Ni	1725				
Si	1693	-0.025	-5.5	4	
Be	1556		-10.5		
Mn	1517	0.082	4.5	3	
Cu	1357	0.025	2.5	1	1.6
Au	1336	0.216	15.5	1	
Ge	1232		-1.5	4	
As	1084		0.5	5	
Al	932	0.048	15.0	3	
Sb	904	0.153	16.5	5	
Zn	693		7.0	2	
Sn	505	0.246	12.5	4	
In	429		18.5	3	
Ga	303	0.055	5.3	3	

* d = atomic diameter.

TABLEAU II.1. Paramètres de durcissement de solution solide d'éléments ayant une solubilité appréciable dans le nickel (7).

Enfin, le cobalt peut améliorer les propriétés en fluage à haute température de différentes façons :

- il réduit la solubilité de l'aluminium et du titane dans la matrice ce qui provoque un accroissement de la fraction volumique en γ' (8, 9),
- il durcit la phase γ' et élève la température de solidus (10, 11, 12),
- il diminue l'énergie de défaut d'empilement dans les solutions solides Ni-Cr-Co (8, 13), donc permet un durcissement dans la matrice des superalliages base nickel (14).

Une étude récente sur des nuances d'Udimet 500 polycristallin (15) a d'ailleurs montré que le Cobalt accroît la résistance au fluage d'une part en modifiant l'énergie de paroi d'antiphase de la phase γ' . D'autre part, il influe sur l'énergie de défaut d'empilement de la matrice et affecte donc directement le processus de restauration des dislocations.

Les compositions chimiques des alliages CMSX-2 et AM1 que nous allons étudier sont données dans le tableau II.2. Pour le premier alliage, l'élaborateur Cannon-Muskegon s'était fixé des teneurs très faibles en C, B et Zr (16). En ce qui concerne l'AM1 sa composition a été définie grâce à une étude précédente faite en collaboration avec différents laboratoires comme ceux de l'ONERA, d'IMPHY et de la SNECMA (4). Cet alliage a d'ailleurs été retenu par la SNECMA pour les aubes mobiles de turbine du moteur M88 à cause de ses hautes performances mécaniques dans un large domaine de température.

L'alliage dénommé AM1+B provient de la coulée mère d'AM1 référence où a été ajouté du NiB. On obtient ainsi une teneur de 185 ppm de bore.

Enfin, l'alliage AM1 que nous étudions dans les chapitres IV et V est fourni par la SNECMA et a une composition chimique en éléments majeurs identique à l'alliage de référence cité précédemment mais provient d'une coulée différente. Les alliages AM1 et CMSX-2 ont des densités de l'ordre de $8,6.10^3 \text{ kg/m}^3$.

II.2. TEMPERATURES DE TRANSFORMATIONS

Les températures de liquidus, de solidus (fusion commençante), et de solvus γ' (fin de précipitation de la phase γ') mesurées par ATD ont été déterminées par extrapolation à vitesse nulle (tableau II.3).

La température de fusion commençante supérieure pour le CMSX-2 peut s'expliquer par la teneur légèrement plus importante en W dans cet alliage

	C	Si	S ppm	P	Mn	Ni	Cr	Mo	Co	Ti	Al	Ta	W	O ₂ ppm	N ₂ ppm	Zr	B ppm	Mg ppm
CMSX-2 (V6527)	0,0028	0,0026	5	0,005	0,0009	Bal.	7,90	0,60	4,70	0,98	5,59	6,00	7,90	2	4	< 50	< 10	-
AM1 Réf. (TB384)	0,008	0,02	12	0,002	0,005	63,68	7,48	1,95	6,47	1,20	5,31	7,8	5,7	8	7	-	10	18
AM1 + B (YJ150)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	185	-

TABLEAU II.2. Composition nominale des alliages en poids %.

	T liquidus	T solidus	T solvus γ'
CMSX-2	1378°C	1330°C	1290°C
AM1 réf.	1362°C	1308°C	1297°C
AM1 + B	1363°C	1295°C	-

Tableau II.3. : Mesures des températures de transformation de phase par ATD (analyse thermique différentielle).

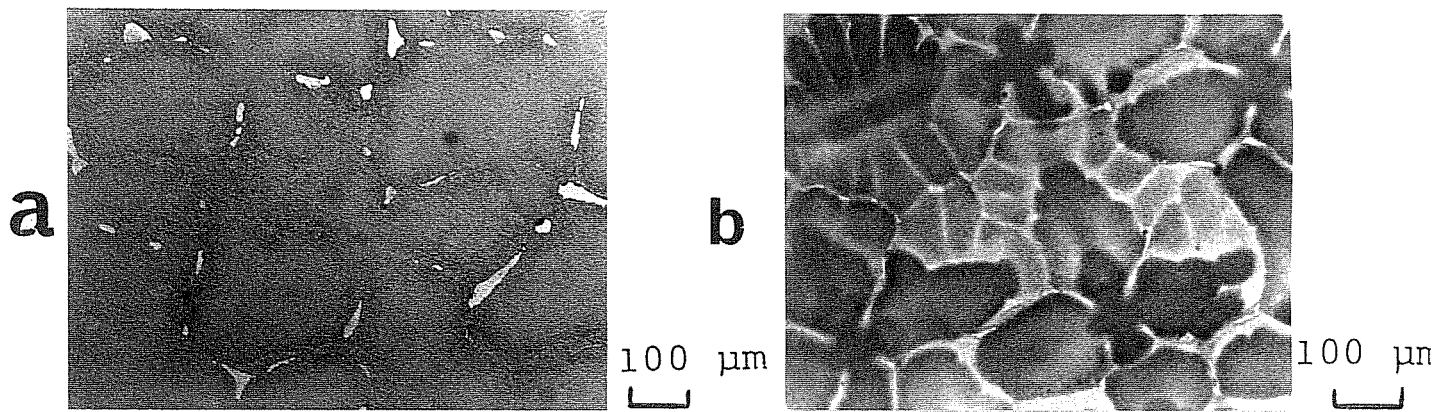


Figure II.1 : Structures brutes d'élaboration monocristalline du CMSX2

- a) élaboration au laboratoire
- b) élaboration industrielle.

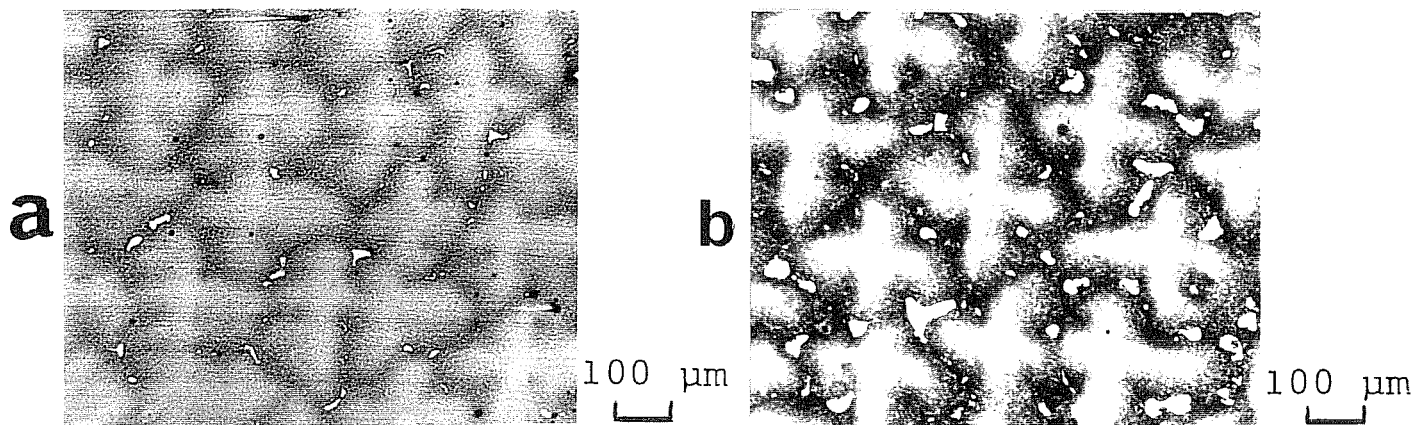


Figure II.2 : Structures brutes après élaboration monocristalline au laboratoire.

- a) AM1 référence
- b) AM1 + Bore

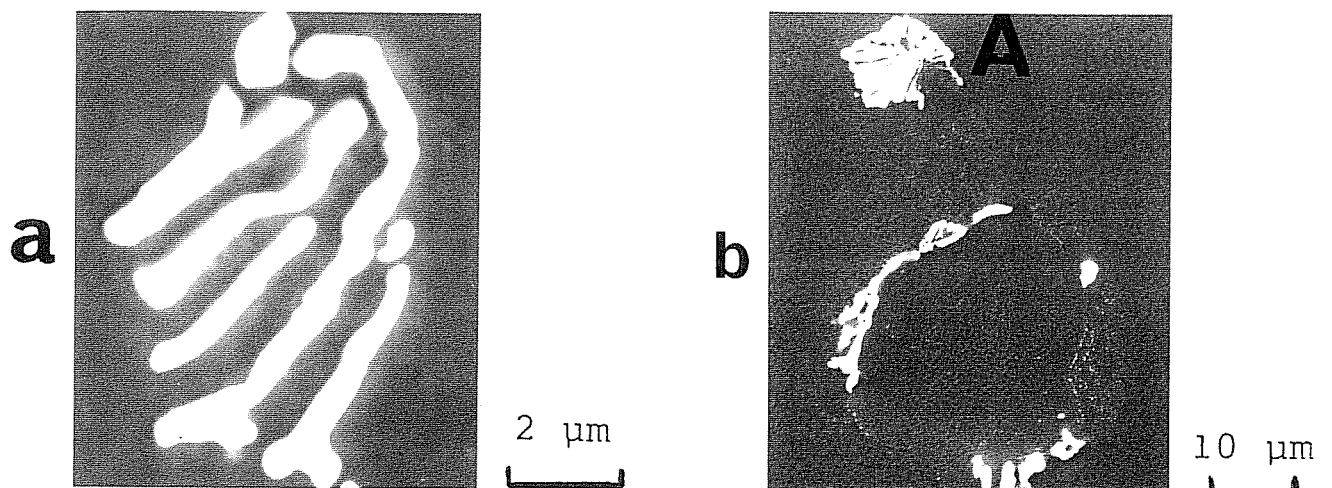


Figure II.3 : Différents types de borures dans l'alliage AM1 + B brut d'élaboration monocristalline.

- a) borure à structure lamellaire
- b) borures précipitant au bord d'un eutectique γ/γ'
(A = borure à structure lamellaire).

(7,9%, 5,7% pour l'alliage AM1). En effet, cet élément a une température de fusion très élevée. Par contre, on constate bien que le solidus diminue lorsque la teneur en bore augmente; une addition de 185 ppm de bore suffit pour abaisser cette température de 13°C. De la même manière, la température de solvus γ' diminuerait certainement comme c'est le cas dans un alliage à dispersion d'oxyde dopé en bore (17). Une remarque importante s'impose : le traitement de remise en solution de la phase γ' sera délicat dans le cas de l'alliage AM1 car l'intervalle de température dans lequel les précipités γ' peuvent être redissous sans brûlures (15°C entre le solvus γ' et le solidus) est très étroit. Celui de l'alliage CMSX-2 possédant une fraction volumique de γ' légèrement inférieure est par contre de 30°C.

II.3. MICROSTRUCTURE DES ALLIAGES APRES ELABORATION MONOCRISTALLINE, AXE DE CROISSANCE PRIMAIRE [001]

Sur la figure II.1, l'influence des paramètres d'élaboration monocristalline est mise en évidence sur l'alliage CMSX-2. En effet, lorsque le gradient thermique en front de solidification diminue, la structure dendritique est plus grossière (élaboration industrielle) avec apparition de bras dendritiques secondaires qui croissent dans des directions privilégiées de type $\langle 100 \rangle$ et même des bras tertiaires. Ils sont plus nombreux en fin de solidification, ce qui implique une taille de l'espace interdendritique primaire variant de 350 à 550 μm du bas vers le haut d'un barreau solidifié. L'espace entre deux bras primaires sur des éprouvettes élaborées au laboratoire est constant et de l'ordre de 280 μm . Dans les espaces interdendritiques, on note la présence de plages eutectiques massives d'une quarantaine de microns. On retrouve ces mêmes phases pour une élaboration industrielle, soit sous forme de plages allongées d'environ 100 μm , soit sous forme massive de l'ordre de 30 μm .

Le bore n'affecte pas les structures dendritiques après élaboration monocristalline (Fig. II.2). L'espace interdendritique primaire est de l'ordre de 200 μm . La répartition des dendrites est très homogène, les bras secondaires sont relativement peu développés et on n'observe pas de bras tertiaires. La taille des amas eutectiques peut atteindre 80 μm . Deux types de borures apparaissent dans l'alliage AM1 + B (Fig. II.3) :

- certains borures ayant une forme lamellaire,
- d'autres beaucoup plus petits car ils précipitent en fin de solidification, donc n'ont pas le temps de grossir. Ils se retrouvent en effet près des amas eutectiques dans les espaces interdendritiques témoins des derniers canaux liquides à la fin de la séquence d'élaboration.

II.4. TRAITEMENTS THERMIQUES

II.4.1. ALLIAGE CMSX-2

Comme la température de fusion commençante de l'alliage est très élevée, la phase γ' primaire présente sous forme de particules massives peut être mise totalement en solution à 1315°C sans fusion locale de l'alliage. Ainsi, par des traitements de revenu, une fraction volumique maximale de phase γ' sera obtenue, condition première à un bon durcissement de seconde phase dans ces superalliages. L'équipe de l'ONERA (18) a montré qu'une distribution de précipités γ' de forme cuboïdale dont la taille moyenne est voisine de 0,45 μm permet d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques (Fig. II.4).

La distribution idéale est obtenue après la gamme de traitements thermiques suivants :

remise en solution totale : 1315°C/3h, t.a.
 traitement de précipitation : 1050°C/16h, t.a.
 traitement de vieillissement : 850°C/48h

Le dernier traitement consiste en fait à faire coalescer sur les gros γ' les fins précipités provoqués par la trempe qui suit le revenu à 1050°C. Il a généralement été remplacé par un traitement de 870°C/16h. On obtient à nouveau un alignement de précipités γ' cuboïdaux d'arête d'environ 0,40 μm (Fig. II.5).

II.4.2. ALLIAGES AM1 REFERENCE ET AM1 DOPE AU BORE

Le traitement à 1300°C pendant 6h suivi d'une trempe air adopté pour l'AM1 (19) assure une remise en solution totale de la phase durcissante. le premier revenu à 1150°C/1h, t.a. suivi d'un traitement complémentaire de précipitation à 870°C/16h permet d'obtenir une distribution de précipités cuboïdaux d'arête d'environ 0,35 μm (Fig. II.6). La température de solidus de

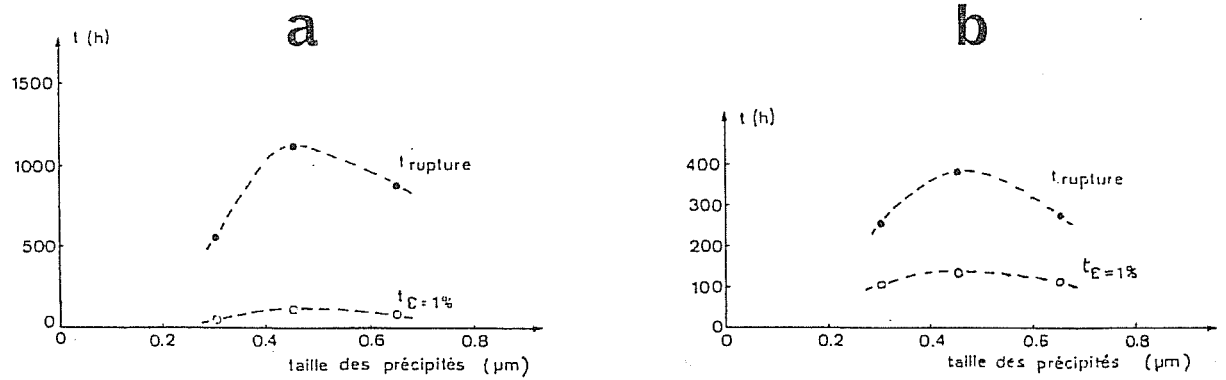


Figure II.4 : Influence de la taille des précipités sur les durées de vie en fluage des monocristaux $\langle 001 \rangle$ du CMSX2 (18).

a) $T = 760^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 750 \text{ MPa}$

b) $T = 950^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 240 \text{ MPa}$.

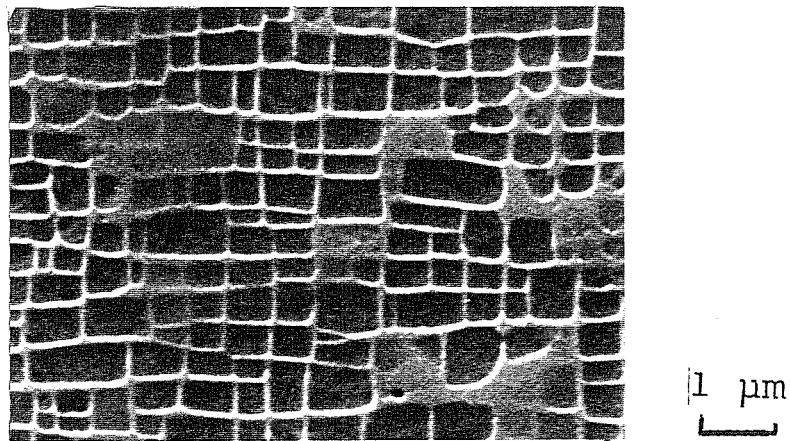


Figure II.5 : Morphologie des précipités γ' dans l'alliage CMSX2 après la gamme de traitements thermiques complète.

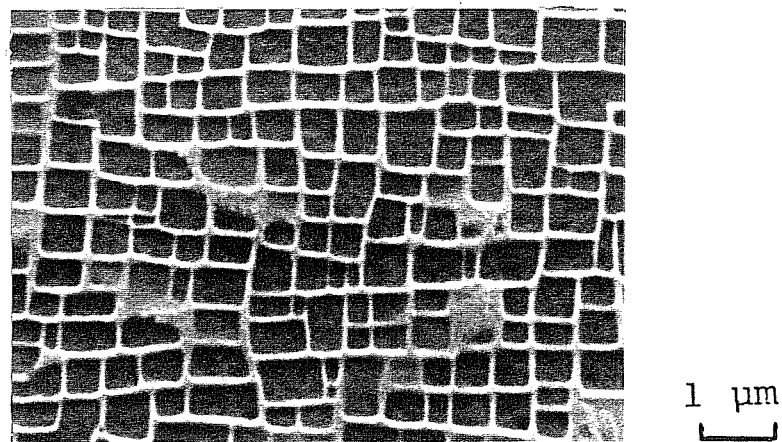
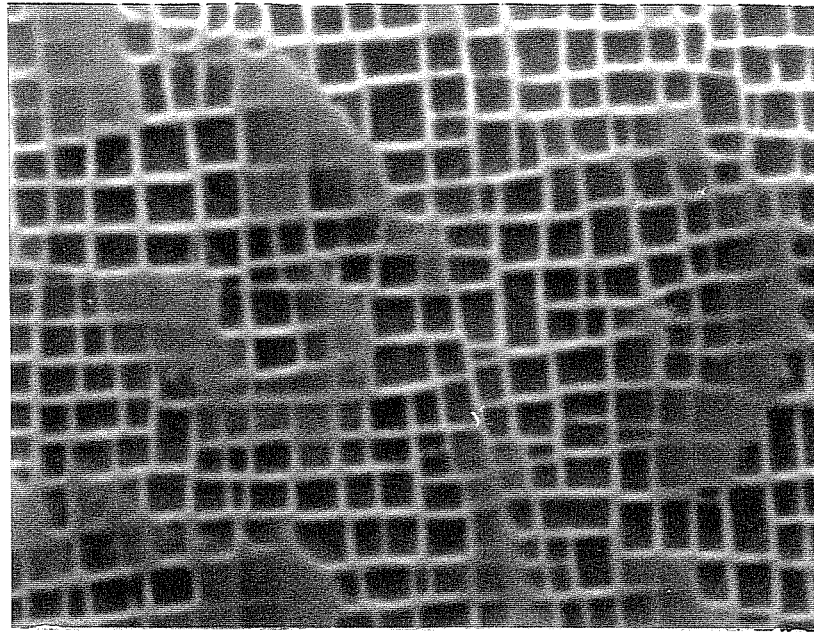


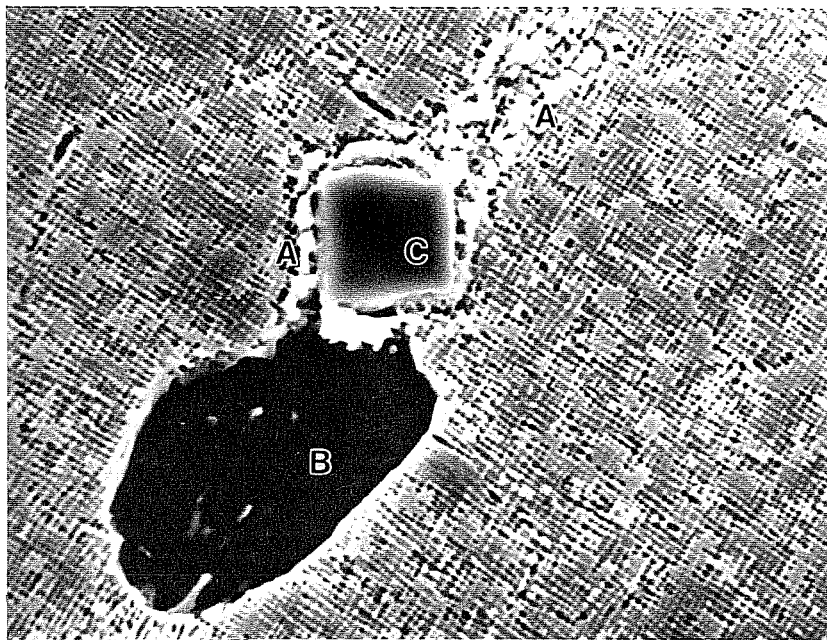
Figure II.6 : Morphologie des précipités γ' dans l'alliage AM1 après traitement thermique complet.



a

1 μm

- a) Morphologie des précipités γ' après le traitement complet
 1290°C / 6 h , trempe air
 1150°C / 1 h , trempe air
 870°C / 16 h



b

10 μm

- b) Vue d'ensemble des précipités et de quelques borures
 interdendritiques (A) , γ' primaire (B) , carbure (C)

Figure II.7 : Microstructure de l'alliage AM1 + B après traitements thermiques.

l'alliage AM1 + B étant proche de 1295°C, des maintiens ont été menés à cette température pour les essais de remise en solution mais des brûlures apparaissent au bout d'une demi-heure (20). Il a donc été nécessaire d'effectuer ce traitement thermique à 1290°C seulement pendant 6h, ce qui n'assure qu'une remise en solution partielle de l'alliage avec subsistance de quelques plages de γ' primaire d'une taille n'excédant pas 20 μm .

La morphologie des précipités γ' obtenue après le traitement de précipitation (1150°C/1h, t.a.) et son traitement complémentaire (870°C/16h) est identique à celle de l'AM1 référence (Fig. II.7a). Il est à noter que cet alliage présente aussi de nombreux sous-joints, et des borures (A) se trouvent près des amas eutectiques (B) (Fig. II. 7b). Une addition de 185 ppm de Bore interdit de remettre en solution la totalité de la phase γ' , mais les plages eutectiques persistantes sont relativement rares et d'une taille raisonnable. De plus, la répartition, la forme et la taille des précipités γ' ne sont pas altérées ce qui reste, malgré tout, le critère essentiel caractérisant la résistance mécanique de l'alliage.

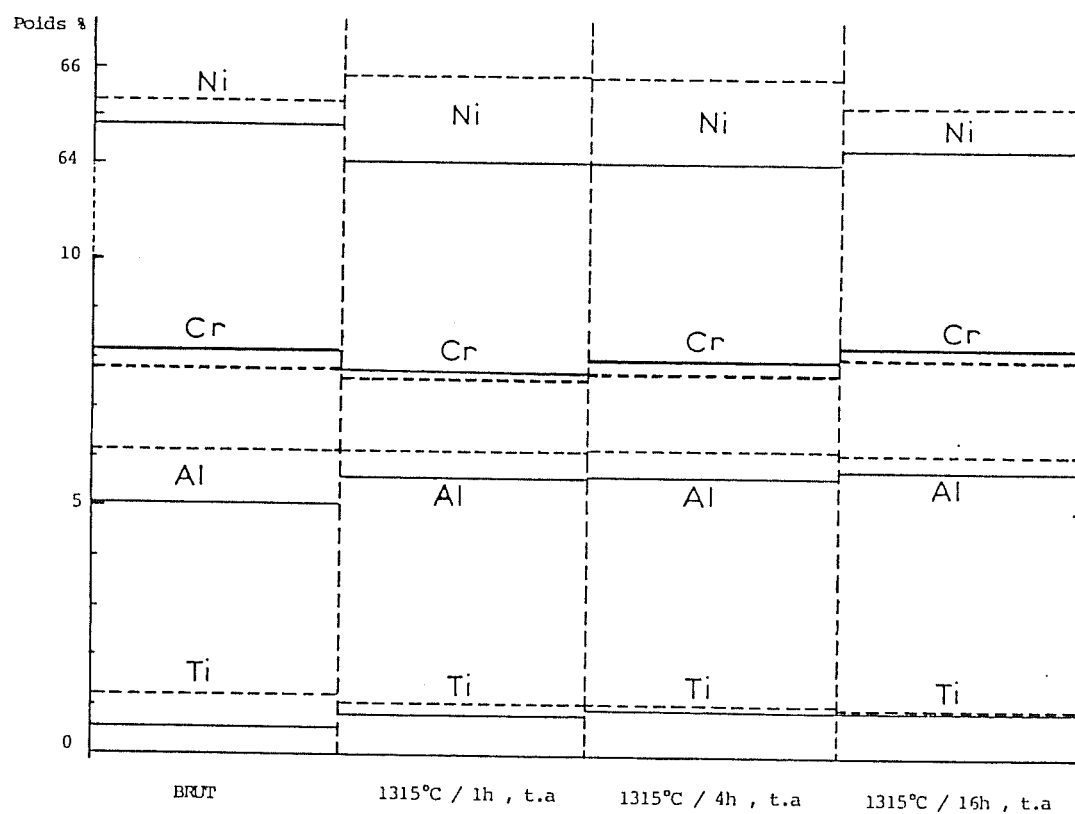
II.5. ANALYSES A LA MICROSONDE ELECTRONIQUE : REPARTITION DES ELEMENTS D'ALLIAGE

La répartition spatiale aussi uniforme que possible des éléments de l'alliage est très importante pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques en fluage (21). En effet, s'il existe des plages où la concentration d'un élément considéré (Al, Ta) est plus élevée, la température de solvus γ' va donc augmenter et il deviendra très difficile de mettre le maximum de phase durcissante en solution à une température fixée. Il semble donc préférable de rechercher une homogénéisation convenable afin d'obtenir des précipités plus fins et bien répartis dans tout l'échantillon.

II.5.1. PRINCIPE DE LA METHODE D'ANALYSE DES COMPOSITIONS

Une microsonde électronique de CASTAING-CAMEBAX 1SI - 1SV a été utilisée pour les mesures. Seuls, les éléments suivants : Ni, Co, Cr, Mo, W, Al, Ti, Ta ont été dosés à l'aide d'un spectromètre à cristaux (LiF, PET).

Le temps de comptage a été optimisé pour obtenir une précision de 2% sur les concentrations des éléments à plus forte teneur. Pour les autres, un temps



———— coeur de dendrite
 - - - - - espace interdendritique

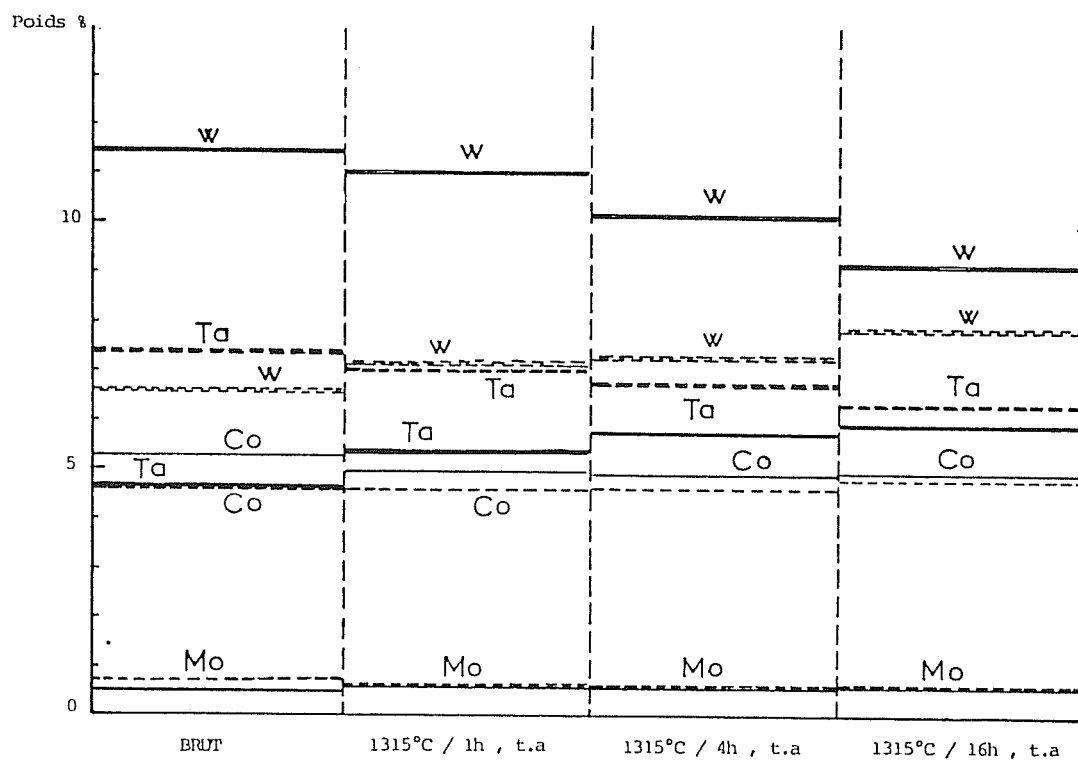


Figure II.8 : Analyse à la microsonde électronique : concentrations en coeur de dendrite et dans l'espace interdendritique des éléments de l'alliage CMSX2 brut d'élaboration et traité à 1315°C pendant 1 h , 4 h , 16 h.

maximum de comptage sur le pic de 120 s a été retenu, ce qui a pour conséquence de réduire la précision des résultats. Les calculs de correction sont estimés par la méthode "ZAF" (correction du numéro atomique, d'absorption, de fluorescence).

Le grandissement choisi de 4000 impliquant alors une zone d'analyse d'une taille de $50 \mu\text{m}^2$ permet ainsi une intégration spatiale raisonnable pour chaque mesure.

Enfin, des essais pour vérifier la reproductibilité des résultats ont montré que les écarts entre les mesures successives n'excédaient pas 1%.

II.5.2. EFFET DU TEMPS DE MAINTIEN A LA TEMPERATURE DE REMISE EN SOLUTION SUR LES CONCENTRATIONS EN COEUR DE DENDRITE ET DANS L'ESPACE INTERDENDRITIQUE DES ELEMENTS DE L'ALLIAGE CMSX-2

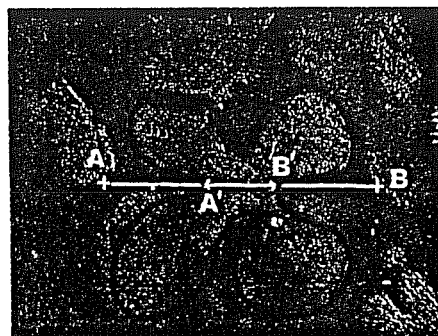
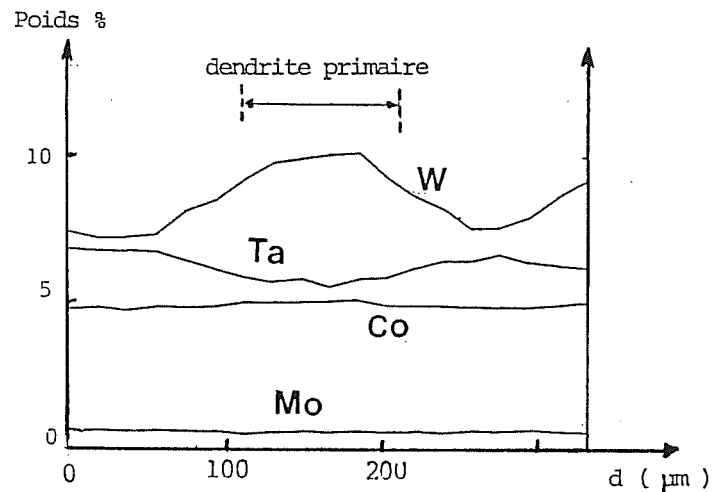
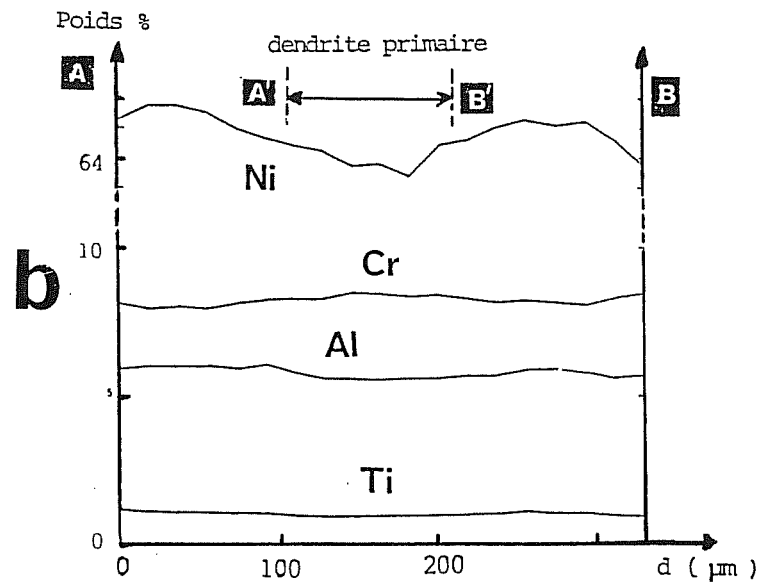
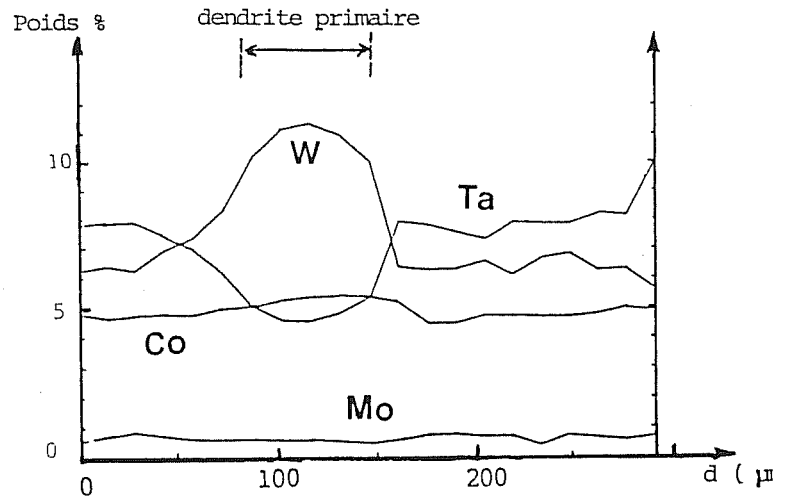
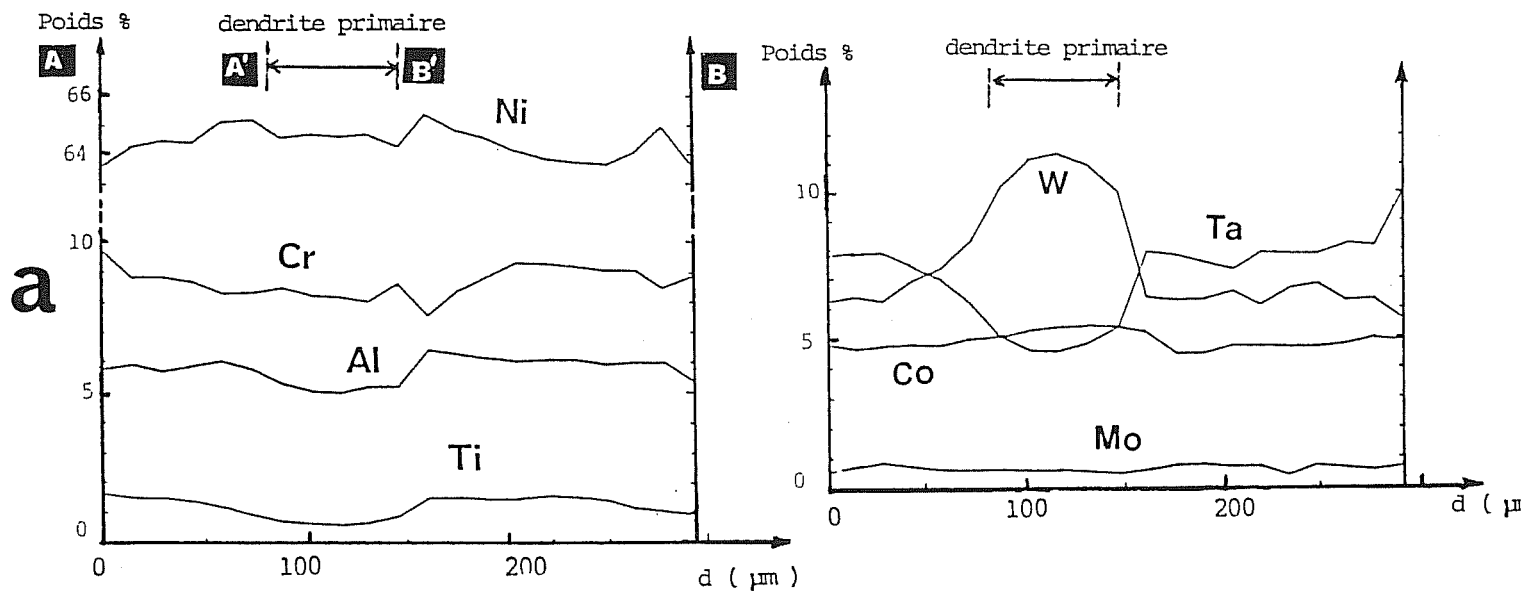
Les résultats d'analyse sur des échantillons d'alliage CMSX-2 ayant subi divers traitements de remise en solution sont assemblés sur la figure II.8. Ils ont été calculés en faisant la moyenne sur huit mesures (22).

Les éléments - Cr, Al, Ti, Mo - présentent après un maintien de 4h à 1315°C un profil d'homogénéisation presque parfait, ce qui justifierait le choix du traitement de remise en solution préconisé à 1315°C pendant 3h.

Les variations de concentration en Ni (de l'ordre de 1% en poids) ne sont pas significatives sur une teneur globale de 65% et sont en fait liées à des erreurs statistiques.

Par contre, la teneur en Ta est nettement plus élevée dans l'espace interdendritique à l'état brut. L'écart diminue avec le temps de maintien mais on observe encore assez fortement une ségrégation, même après une durée de 16h à 1315°C . L'effet est encore plus marqué pour le tungstène qui ségrège très fortement en coeur de dendrite.

L'établissement à la microsonde électronique de profils de concentration le long d'un axe passant par le coeur d'une dendrite primaire et entre deux bras secondaires (direction $\langle 011 \rangle$) permet d'illustrer encore plus clairement l'évolution des ségrégations au cours d'un traitement de remise en solution à 1315°C . Ainsi, se confirme la ségrégation résiduelle significative du W en substitution au Ni et celle légèrement moins marquée du Ta et du Ti (Fig. II.9). La teneur en chrome semble devenir assez uniforme dans l'alliage après traitement thermique ainsi que celle du Mo pour lequel, même dans l'échantillon brut, la ségrégation est déjà très faible.



A'-B': bras primaire de dendrite

Figure II.9 : Profils de concentration des éléments de l'alliage CMSX2 dans une section plane d'une dendrite primaire.

- a) échantillon brut d'élaboration monocristalline
- b) échantillon traité à 1315°C / 3 h , trempe air.

L'homogénéisation des éléments de l'alliage à l'exception du W et du Ta est donc en grande partie réalisée à la suite d'un traitement de remise en solution de 3h à 1315°C.

II.5.3. EFFET D'UNE ADDITION DE BORE SUR LA REPARTITION DES ELEMENTS MAJEURS DE L'AM1

Sur des échantillons monocristallins à l'état brut d'élaboration d'AM1 référence et d'AM1 + B ont été effectués des profils de concentration le long d'un axe traversant les bras dendritiques secondaires jusqu'à l'espace interdendritique en passant par le coeur de la dendrite.

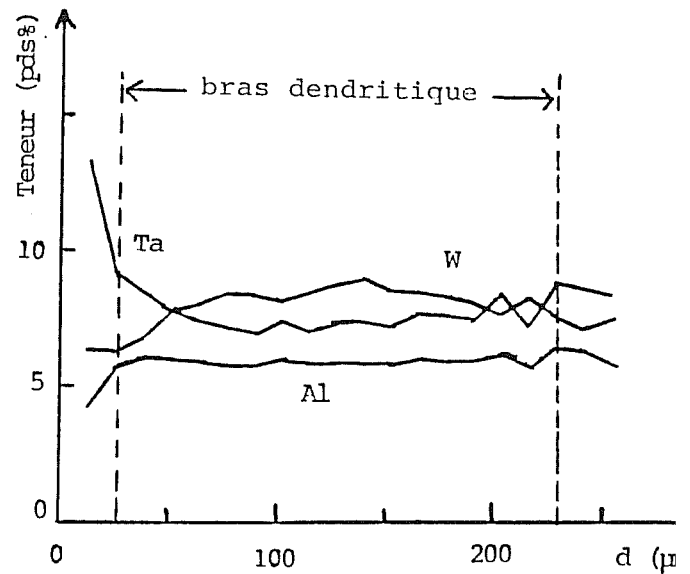
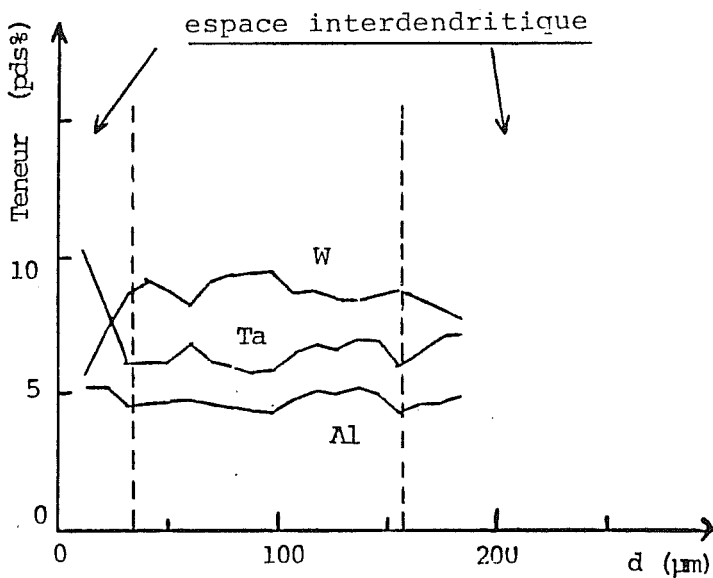
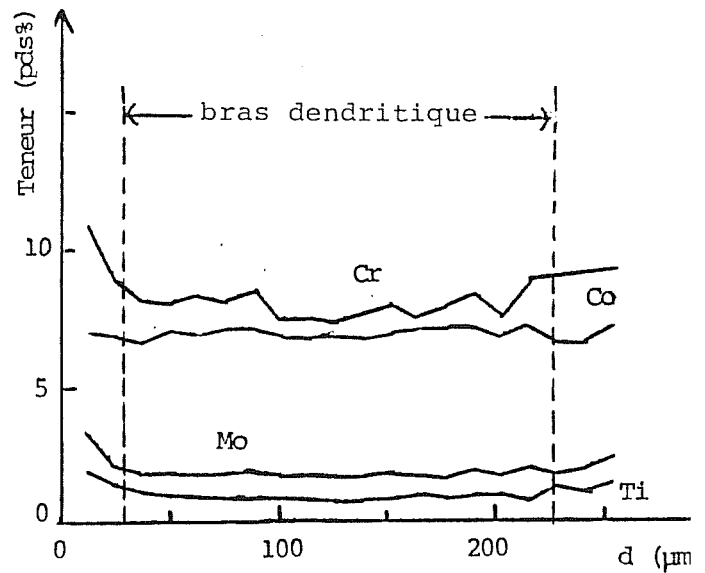
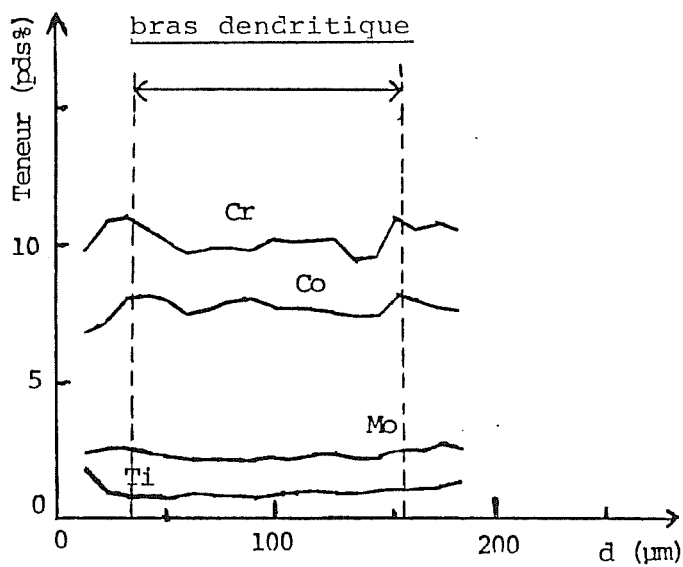
Les profils dans les bras secondaires de l'AM1 + B (Fig. II.10) semblent présenter des variations moindres le long des bras secondaires que celles de l'alliage de référence. Il semblerait donc que la présence du bore puisse contribuer à une répartition plus uniforme dans les dendrites des éléments d'alliage. Par contre, le Ta et le Cr ségrègent fortement dans l'espace interdendritique surtout pour ce dernier élément. En ce qui concerne l'aluminium, la teneur est plus faible dans les espaces interdendritiques de l'échantillon dopé au Bore alors que pour l'alliage de référence, la concentration de cet élément reste très homogène.

II.6. REMARQUES FINALES

Les alliages AM1 et CMSX-2 présentent donc une microstructure dans laquelle la répartition en forme et en taille des précipités de phase γ' est pratiquement identique. L'alliage AM1 dopé au Bore ne bénéficiant pas d'une remise en solution totale de la phase γ' possède donc une fraction volumique de phase durcissante sous forme de précipités cuboïdaux légèrement inférieure. De plus, la présence de quelques plages eutectiques γ/γ' peut constituer un élément défavorable vis-à-vis du comportement mécanique en fluage de ce matériau. Cependant, ces amas restent relativement petits et rares.

Ces différents matériaux après avoir subi leur gamme de traitements thermiques spécifiques ont été testés en fluage (Annexe A.I).

Dans les chapitres suivants, nous avons eu recours à deux méthodes principalement :



AM1

AM1 + B

Figure II.10 : Profils de concentration des différents éléments le long d'un bras dendritique secondaire et dans l'espace interdendritique sur des échantillons bruts.

- la technique de l'analyse d'image avec l'évaluation de certains paramètres définis dans l'annexe A.II,
- la technique de la microscopie électronique en transmission sur lames minces (Annexe A.III) en théorie du contraste de diffraction pour identifier la nature des défauts dus à une déformation plastique de fluage et le plan dans lequel ils se trouvent afin de déterminer les mécanismes de déformation à différentes températures, sous des contraintes plus ou moins fortes.

CHAPITRE III

EFFET DU BORE SUR LE FLUAGE DE

L'AM1 <001> A 1050°C ET A 760°C

III - EFFET DU BORE SUR LE FLUAGE DE L'AM1 < 0 0 1 > A 1 0 5 0 °C ET A 7 6 0 °C

Outre les éléments majeurs apparaissant dans la composition des super-alliages base nickel monocristallins, certains éléments à faible teneur introduits volontairement ou non peuvent avoir une influence déterminante sur le comportement de ces matériaux.

Nous nous proposons donc, dans ce chapitre d'étudier l'effet du bore sur le fluage de l'alliage AM1 entre 760° et 1050°C.

III.1. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Depuis 1950, les métallurgistes ont mis au point de nombreux alliages commerciaux pour haute température employés dans les turboréacteurs, pour lesquels les effets de variation de composition sur les caractéristiques mécaniques et physiques sont bien établies ainsi que la stabilité des phases et la résistance à la corrosion. Malgré cette palette d'alliages à hautes performances, les recherches ont néanmoins continué dans le but notamment d'améliorer la ductilité de ces matériaux.

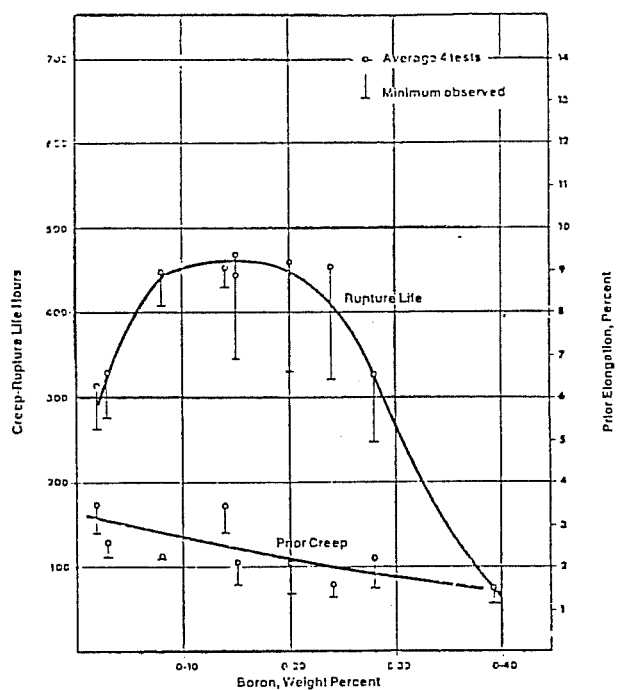
Cet effet fut obtenu dans les années 1975 par l'introduction dans les polycristaux d'éléments mineurs comme le bore et le carbone (23). Ainsi, une fourchette de composition a été définie dans laquelle l'effet bénéfique du bore sur les propriétés en fluage se manifeste (Fig. III.1). Cet élément ségrège aux joints de grains (24) à cause de sa petite taille (son rayon atomique est de 25% plus petit que celui du Ni) et de sa faible solubilité dans γ et γ' .

Des résultats d'analyse de cet élément aux joints de grains ont été rapportés dans plusieurs ouvrages (25-28) et l'amélioration de la cohésion des joints de grains a été mise en évidence par l'observation de rupture transgranulaire (29, 30).

Ces phénomènes ont été largement étudiés et plusieurs modèles concernant l'effet du bore ont été avancés.

Les études ont, le plus souvent, été menées sur l'intermétallique polycristallin Ni_3Al dont la structure cristallographique (L1_2) est identique à celle de la phase γ' composant nos alliages biphasés, monogranulaires.

a



b

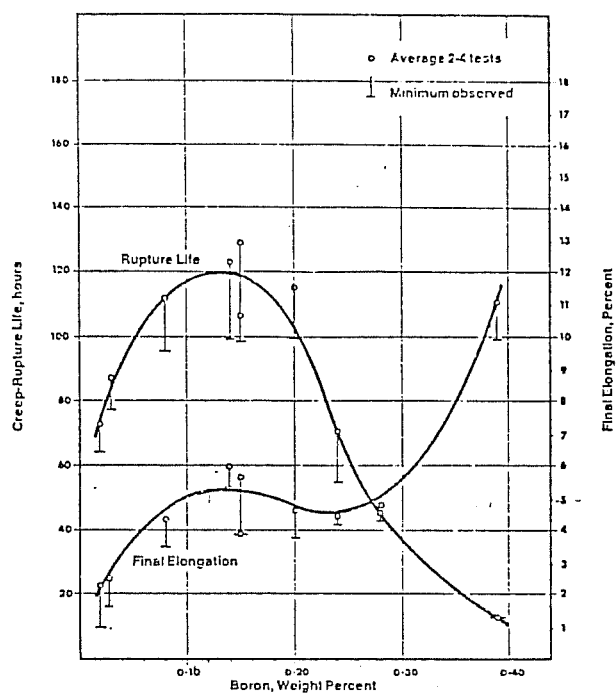


Figure III.1 : Effet du Bore sur le fluage de l'alliage B-1950 (23)

a) à 760°C / 648 MPa

b) à 980°C / 200 MPa

La ductilité de Ni_3Al stœchiométrique est faible à température ambiante. Si on lui ajoute 0,35 at.% de bore, sa ductilité augmente, d'autant plus que la taille de grains diminue (30). De plus, ce phénomène s'accompagne d'une rupture transgranulaire.

De même, à plus haute température l'affinement des grains entraîne un accroissement de ductilité mais l'effet est moins marqué (Fig. III.2). Une autre étude en traction sur le matériau Ni-23 at.% Al-0,5 at.% Hf-0,2 at% B (31) a montré qu'effectivement la ductilité varie avec la taille de grains au delà de 800°C. Par contre, pour des températures inférieures, la ductilité se trouve bien sûr augmentée par une addition de Bore mais elle reste insensible à la taille de grain. Cet effet a été attribué au comportement thermique du bore aux joints de grains.

La différence observée à température ambiante est attribuée à la concentration d'Al, différente dans les deux alliages. En effet, certains auteurs ont noté une baisse de la ductilité avec une augmentation de la teneur en Al (26, 32).

Des résultats concernant un alliage Ni_3Al (B, Hf) obtenu par solidification dirigée prouvent le rôle bénéfique du Bore en fatigue-fluage à 450°C (33). Pourtant à cette température, la limite élastique est assez faible.

La figure III.3. représente l'évolution de la limite élastique par la loi de Hall-Petch qui indique qu'une addition de Bore facilite la propagation du glissement à travers les joints de grains dont la cohésion est accrue (34).

Le bore paraît donc faciliter le transfert du glissement d'un grain à un autre à un niveau inférieur de contrainte et parallèlement la ductilité est améliorée (35). Ce mécanisme a pour cause l'accommodation, facilitée par la présence du Bore, des déformations dans les joints résultant des empilements de dislocations. D'ailleurs par des expériences de déformation in-situ à température ambiante sur du Ni_3Al dopé au Bore, il a été remarqué que les dislocations de fluage en tête des empilements peuvent réorienter la direction de leur ligne et pénétrer dans les joints de grains. Les empilements ainsi formés dans les joints peuvent alors initier le glissement dans les grains adjacents (36).

Le durcissement par addition de Bore dans Ni_3Al obtenu par solidification rapide est dû à la présence de cet élément dans les sites interstitiels de la solution solide, générant de fortes déformations du réseau qui consolident le matériau (37).

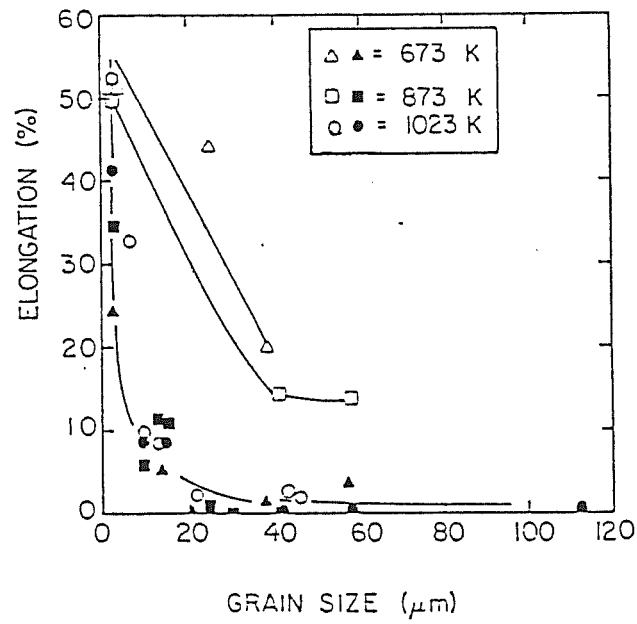


Figure III.2 : Effet de la taille de grains sur la ductilité de Ni_3Al et $\text{Ni}_3\text{Al} + \text{B}$ de 673K à 1033 K (30).

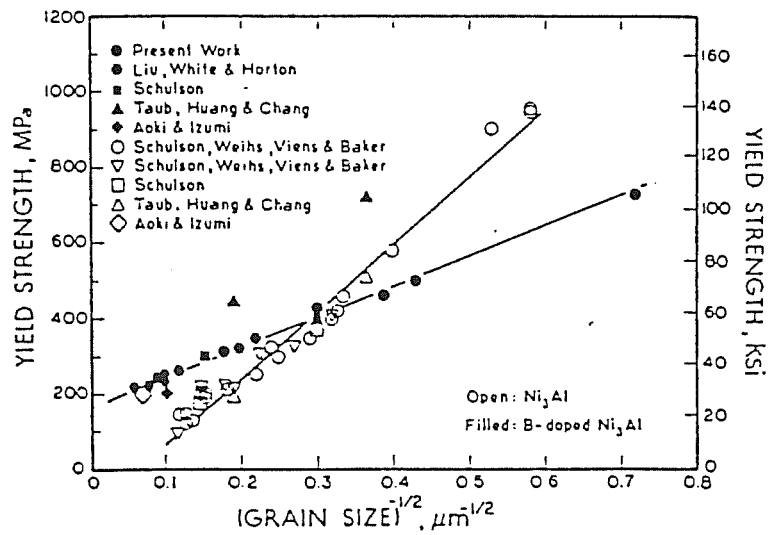


Figure III.3 : Lois de Hall-Petch pour $\text{Ni}_3\text{Al} + \text{B}$ à température ambiante (34).

Des études de l'effet du Bore sur la ductilité en flexion des alliages binaires ordonnés Ni_3X (38) avaient abouti à la conclusion que seul le Ni_3Ge restait fragile. Plus tard, des données en traction ont apporté le classement suivant pour l'augmentation de la ductilité : $Ni_3Al \simeq Ni_3Ga > Ni_3Si > Ni_3Ge$ (39). Ces résultats concordent à la fois avec les modèles d'effet de la taille et de valence et les modèles d'électronégativité pour la force de cohésion intergranulaire.

Enfin, il a été démontré dans de l'Udimet 700 (40) que les dislocations étaient épinglées par de très petits précipités, riches en B et leur mouvement s'en trouvait donc freiné. Ceci expliquerait la valeur anormalement élevée de l'énergie d'activation de fluage.

En fait, dans un alliage γ/γ' monocristallin, des auteurs (41) ont avancé l'hypothèse que des éléments comme le Bore qui ségrègent fortement dans les joints de grains auront probablement tendance à diffuser aussi vers les interfaces γ/γ' . Ainsi, le rassemblement de ces atomes forme les atmosphères que les dislocations trainent et par la suite ces dernières restent bloquées dans ces interfaces.

Nous serons amenés au cours de l'étude à mentionner un troisième alliage nommé AM1 + Mg. En effet, à l'origine, dans l'étude concernant le rôle d'addition d'éléments mineurs dans l'AM1, le magnésium avait été choisi au même titre que le bore du fait de leur différence de rayon atomique respectivement de + 25% et - 25% avec le paramètre cristallin moyen de la matrice, et avant tout à cause de leur action bénéfique lors d'essais mécaniques dans les polycristaux. A titre d'exemple, un ajout de 190 ppm de magnésium au superalliage base nickel polycristallin GH 220 traité à 850°C pendant 1200h permet de doubler la durée de vie en fluage et d'augmenter la ductilité d'un facteur 3 (42).

Une addition de NiMg avait donc été effectuée dans la coulée mère d'AM1 référence mais la teneur finale de 25 ppm étant très faible par rapport à celle de 18 ppm dans l'alliage mère, il nous a semblé difficile d'attribuer des différences éventuelles dans le comportement de l'alliage à la présence de cet élément.

Dans l'étude qui va suivre, nous allons donc tenter de comprendre le rôle du Bore, lors du fluage de l'AM1 entre 760°C et 1050°C. Où cet élément va-t-il ségréger ? Quelle sera son interaction avec les dislocations ? Quelle influence aura-t-il sur le comportement macroscopique du matériau ?

III.2. FLUAGE A HAUTE TEMPERATURE DE L'AM1 <001> DOPE AU BORE

Nous savons que l'alliage AM1 présente une fraction volumique de phase γ' élevée même à très haute température et possède de nombreux éléments qui durcissent les phases γ et γ' . Ces facteurs mènent à une valeur négative de l'écart paramétrique à 1050°C (6) et une sollicitation de fluage tension de ces matériaux à cette température conduit donc à un mode de coalescence de type N. Ce phénomène se caractérise par l'apparition de plaquettes de phases γ et γ' perpendiculaires à l'axe de tension, qui apportent à l'alliage une résistance accrue au fluage, à cause d'une part de la morphologie de coalescence qui limite le mouvement des dislocations et d'autre part grâce à la présence de réseaux "statiques" aux interfaces γ/γ' (6).

III.2.1. COURBES DE FLUAGE

L'allure générale des courbes de fluage rupture à 1050°C sous 140 MPa tracées sur la figure III.4 ne révèle pas un effet marqué du Bore. On peut simplement souligner l'allongement à rupture moins important dans l'alliage dopé au Bore. Nous allons examiner plus en détails quelques données de fluage rassemblées dans le tableau III.1.

On constate que la déformation après 6h de fluage est plus élevée pour l'alliage au bore (0,18%) que pour l'alliage de référence (0,1%). Afin de vérifier si la vitesse est effectivement supérieure en présence de Bore en tout début de l'essai, la déformation au bout de 6h de fluage a été indiquée pour chaque essai interrompu. Effectivement, on obtient toujours une valeur plus grande pour l'alliage au Bore.

Des dépouillements très fins des enregistrements de fluage montrent qu'une déformation de 0,1% est atteinte au bout de quelques minutes seulement pour l'alliage au Bore.

Ce phénomène ne peut être attribué à un effet de désorientation de l'axe de la contrainte par rapport à <001> car l'éprouvette d'alliage au Bore fluée jusqu'à 0,18% de déformation a une orientation très proche de cet axe ($< 2^\circ$) comme pour l'alliage de référence.

Donc, ce résultat semble bien devoir être imputé au Bore. Par contre, très rapidement, lorsque le stade secondaire s'installe (un peu plus tardivement pour l'alliage dopé), les comportements sont identiques jusqu'à la rupture.

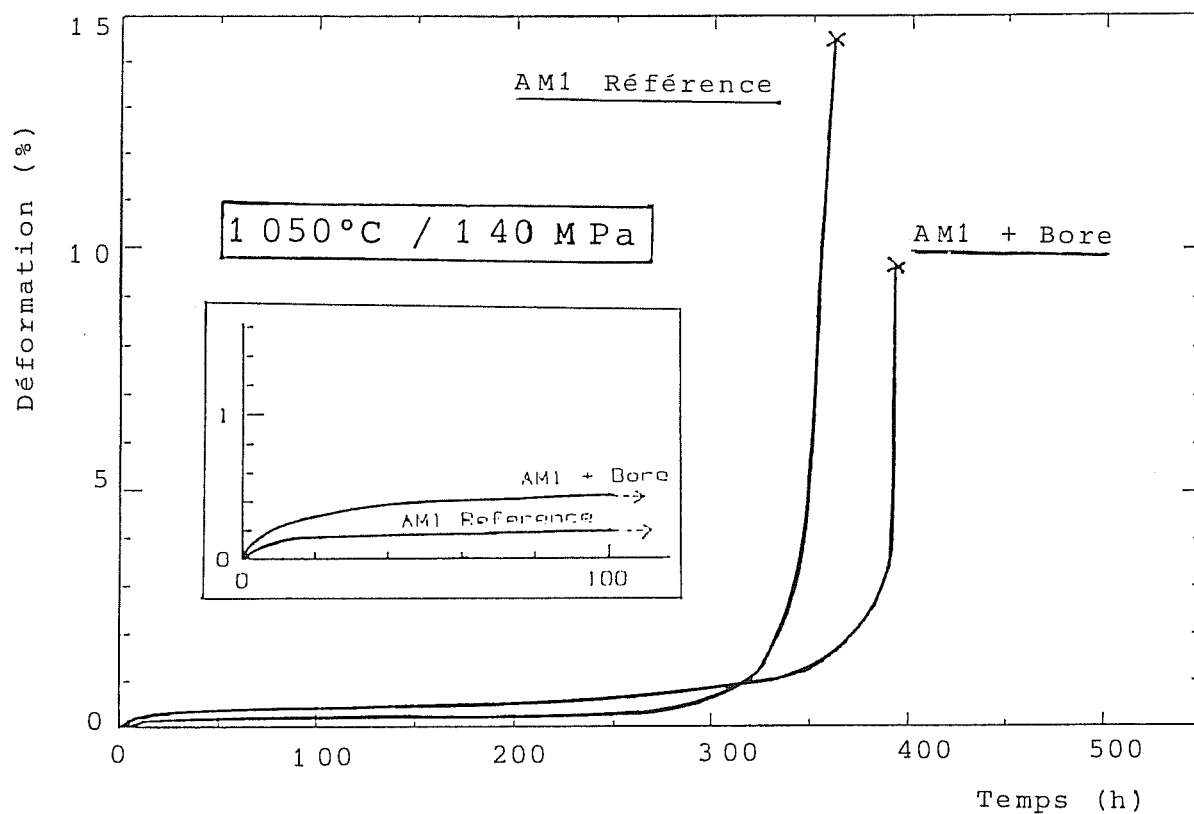


Figure III.4 : Courbes de fluage rupture à 1050°C sous 140 MPa pour les alliages AM1 et AM1 + B.

Alliage	Type d'essai	$\epsilon_{(6h)}^*$ (%)	t_r (h)* ou t_R	ϵ_f (%) [*] ou A_R	$\dot{\epsilon}_s$ ($10^{-9}s^{-1}$) vitesse de fluage secondaire	Pourcentage de la durée du stade secondaire sur la durée de vie
AM1	interrompu	0,1	6	0,1	/	/
	"	0,1	20	0,15	/	/
	"	0,09	118	0,53	/	/
	interrompu	0,125	195	0,75	/	/
	Rupture	0,095	$\begin{cases} 320 = t_{1\%}^{**} \\ 360 = t_R \end{cases}$	$\begin{cases} 1 \\ 14,5 = A_R \end{cases}$	1,5	71%
AM1 + B	interrompu	0,18	6	0,18	/	/
	"	0,15	148	0,54	/	/
	interrompu	0,12	$\begin{cases} 280 = t_{1\%}^{**} \\ 310 \end{cases}$	$\begin{cases} 1 \\ 2,3 \end{cases}$	/	/
	Rupture	0,17	$\begin{cases} 330 = t_{1\%}^{**} \\ 390 = t_R \end{cases}$	$\begin{cases} 1 \\ 9,6 = A_R \end{cases}$	3,6	67%
221 (6)	Rupture	/	$330 = t_R$	$22 = A_R$	3,0	42%

* $\epsilon_{(6h)}$ = déformation plastique atteinte pour chaque essai après 6h de fluage.

ϵ_f et t_f sont la déformation et la durée de fluage (A_R et t_R pour les essais à rupture).

** $t_{1\%}$ est le temps de fluage correspondant à 1% de déformation.

Tableau III.1 : Résultats des essais de fluage à rupture et des essais interrompus à 1050°C sous 140 MPa pour les 2 alliages.

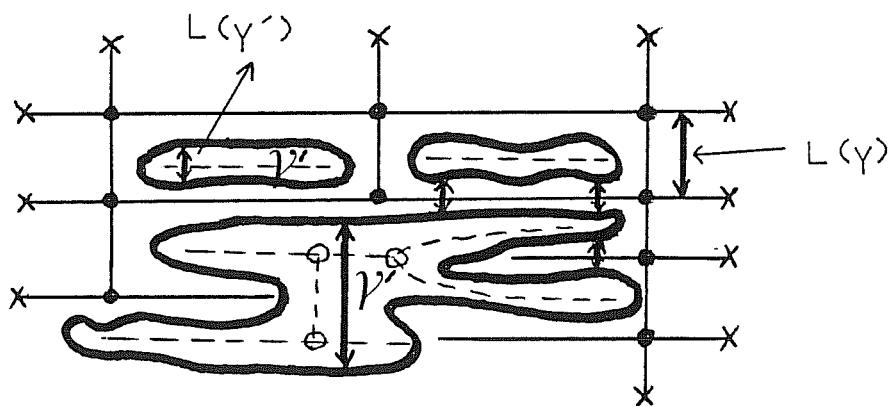


Schéma III.1 : Définition du nombre de connexité d'une phase et des traversées moyennes de ces phases dans une structure coalescée.

Les vitesses de fluage secondaire sont très faibles, pratiquement égales avec ou sans Bore dans l'alliage et du même ordre de grandeur que pour l'alliage 221 flué dans les mêmes conditions (Tableau III.1).

Le stade secondaire occupe une large fraction de la durée de vie et il semble qu'un pourcentage important entraîne un temps à rupture d'autant plus élevé.

Enfin, le stade tertiaire dure peu de temps dans tous les cas mais la déformation plastique qui s'y produit est importante (10 à 20 fois celle du stade secondaire).

Donc, d'après ces résultats macroscopiques, la présence de Bore dans l'alliage perturbe seulement son comportement en début de fluage où la déformation semble se propager plus vite et se bloquer ensuite. Nous verrons d'ailleurs par la suite que cet effet se manifeste également à plus basse température mais est exacerbé par le niveau très élevé des contraintes appliquées.

Il faut aussi souligner que la phase γ' n'étant remise en solution que partiellement, il subsistait donc des amas de γ' primaires et des eutectiques ternaires dans les espaces interdendritiques (cf. § II.4.2.). Or, dans le cas du CMSX-2, pour lequel un traitement de remise en solution partielle avait été effectué, certains auteurs (43) avaient remarqué que les propriétés en fluage ordinairement obtenues après traitement de remise en solution totale, n'étaient pas atteintes cette fois ci dans la gamme de température 760°C-1050°C.

Cependant, l'alliage AM1 + B présente des caractéristiques en fluage à 1050°C équivalentes à celles de l'alliage de référence.

III.2.2. ETUDE DE LA COALESCENCE ORIENTEE

Par la technique d'analyse d'image (Annexe A.II), les évolutions de plusieurs paramètres comme l'épaisseur moyenne des deux phases le long de l'axe de la contrainte et le nombre de connexité de la phase γ ont été étudiées en détail.

Le nombre de connexité d'une phase traduit en fait sa continuité et sera donc positif tant que la phase considérée sera enveloppante. C'est le cas de la matrice γ au début du fluage. Lorsque la microstructure évolue (Schéma III.1), $N_c(\gamma)$ décroît jusqu'à devenir négatif c'est-à-dire quand la phase γ' commence à envelopper la matrice γ .

Les traversées moyennes des phases $\bar{L}(\gamma)$ et $\bar{L}(\gamma')$ sont déterminées sur une coupe longitudinale de normale [100] prélevée des éprouvettes fluées.

Pour ce faire, de nombreux champs sont nécessaires afin d'obtenir les valeurs des épaisseurs $L(\gamma)$ et $L(\gamma')$ correspondant à une intersection précise de la plaquette avec le plan de coupe qui varie suivant la région observée (schéma III.1). $\bar{L}(\gamma)$ et $\bar{L}(\gamma')$ sont calculées en effectuant la moyenne des valeurs $L(\gamma)$ et $L(\gamma')$.

L'évolution de la microstructure a donc été étudiée au cours du fluage par observation de coupes longitudinales (Fig. III.5).

La première remarque qui s'impose concerne la cinétique de mise en radeaux dans les premiers instants de l'essai. En effet, après 6h de fluage, quelques murs verticaux de matrice γ ont disparu dans l'alliage dopé au Bore mais on ne distingue pas encore de radeaux très allongés comme pour l'AM1 référence. Parallèlement, l'épaisseur de la matrice le long de l'axe de la contrainte ($\bar{L}(\gamma)$) semble beaucoup plus importante dans ce dernier alliage, pourtant la déformation plastique totale est plus faible.

Par la suite la morphologie de coalescence paraît identique ainsi que la vitesse d'épaississement de la matrice γ et ceci jusqu'à la rupture, quel que soit l'alliage. Il faut aussi noter le morcellement des plaquettes dès que la déformation atteint une valeur élevée ($> 2,5\%$). Effectivement, à partir approximativement de 1% de déformation, les deux phases sont probablement cisailées ce qui perturbe la structure en radeaux relativement parfaite obtenue au cours du fluage stationnaire.

Donc, en présence de bore, la vitesse de déformation augmente en tout début d'essai et ce phénomène s'accompagne d'une diminution de la cinétique de coalescence. De plus, nous avons remarqué que, bien que le taux de déformation soit plus important dans l'alliage au Bore, l'épaisseur de la phase γ est plus faible.

Nous allons tenter d'évaluer quantitativement ces résultats par analyse d'image.

III.2.2.1. Variations d'épaisseur de la matrice γ et de la phase γ' (Figs. III.6 et III.7).

On constate d'une part, que la vitesse d'épaississement de la matrice γ est supérieure dans l'alliage de référence, d'autre part, que ces vitesses sont semblables dans les deux alliages pendant le fluage secondaire et jusqu'à la rupture.

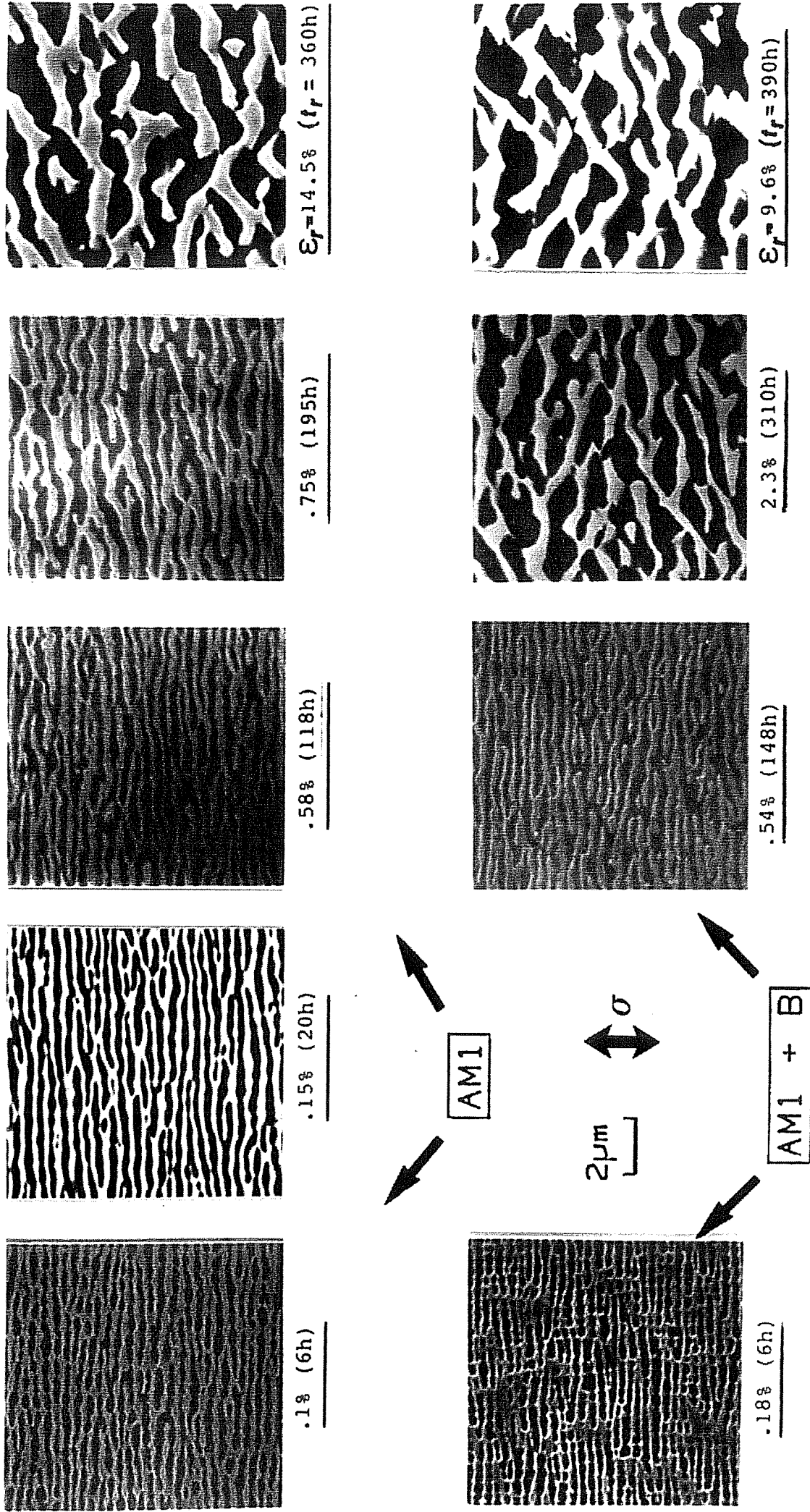


Figure III.5 : Evolution de la microstructure des alliages AM1 et AM1 + B au cours du fluage à 1050°C sous 140 MPa. Coupes longitudinales (100) (l'axe de la contrainte est vertical)

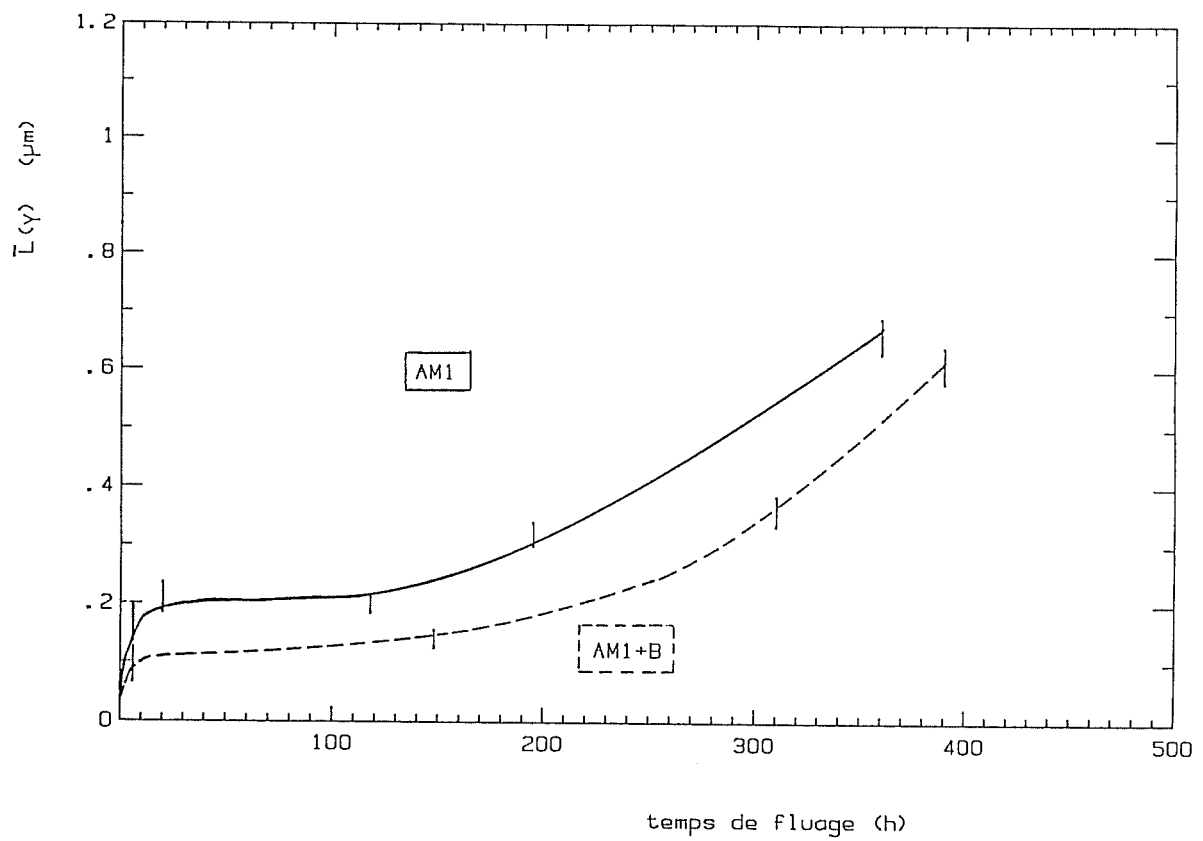


Figure III.6 : Evolution des traversées moyennes de γ dans le sens de la contrainte en fonction du temps de fluage.

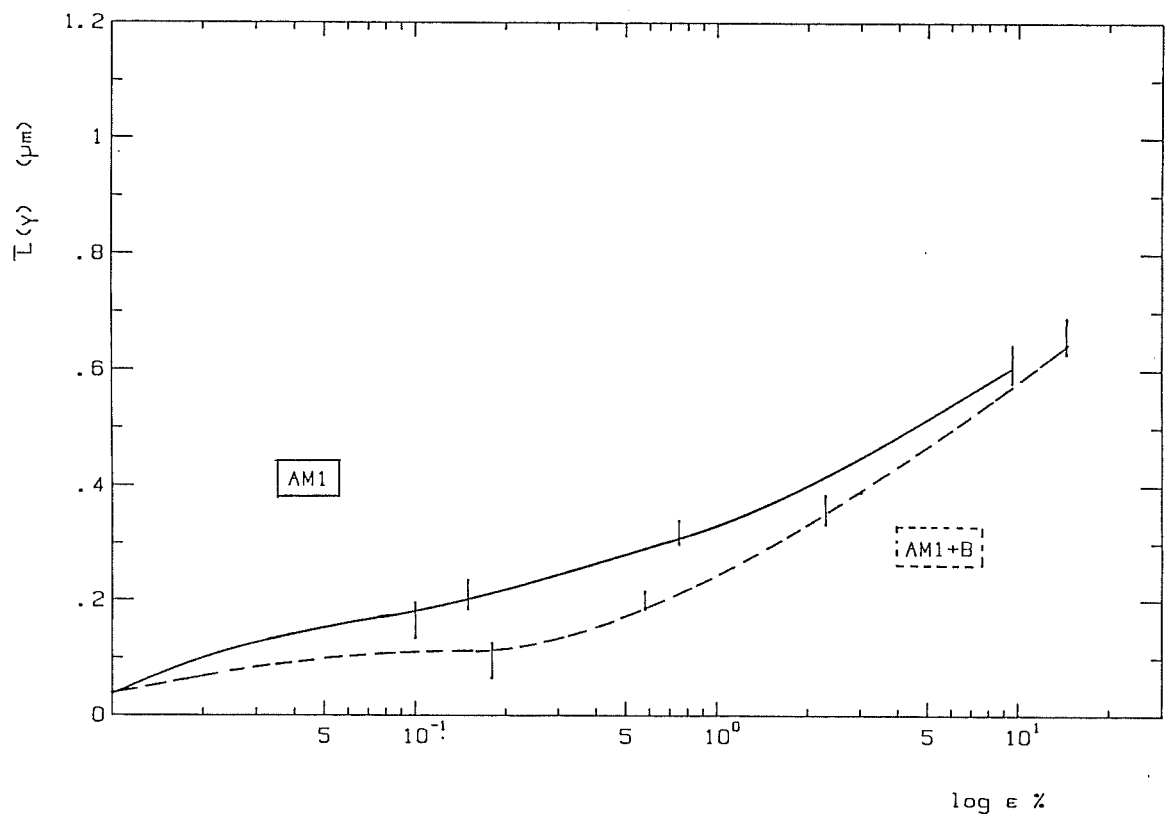


Figure III.7 : Evolution des traversées moyennes de γ dans le sens de la contrainte en fonction de la déformation de fluage.

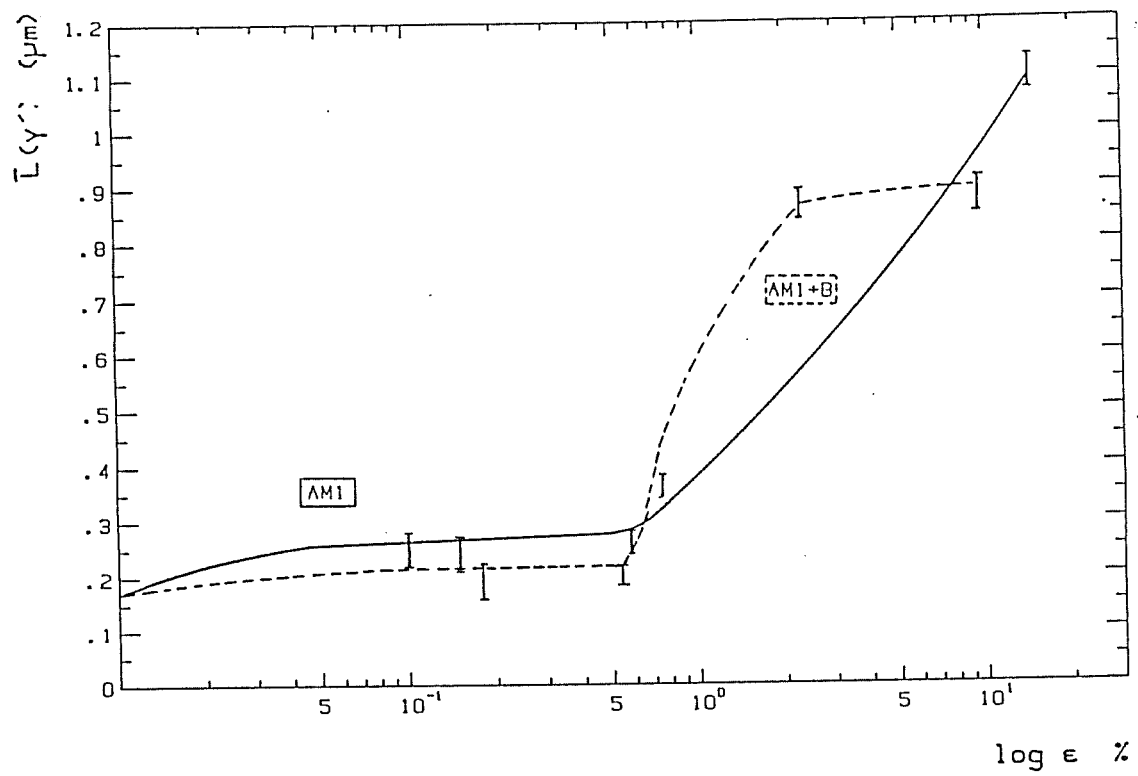


Figure III.8 : Evolution des traversées moyenne de la phase γ' pour les alliages AM1 et AM1 + B.

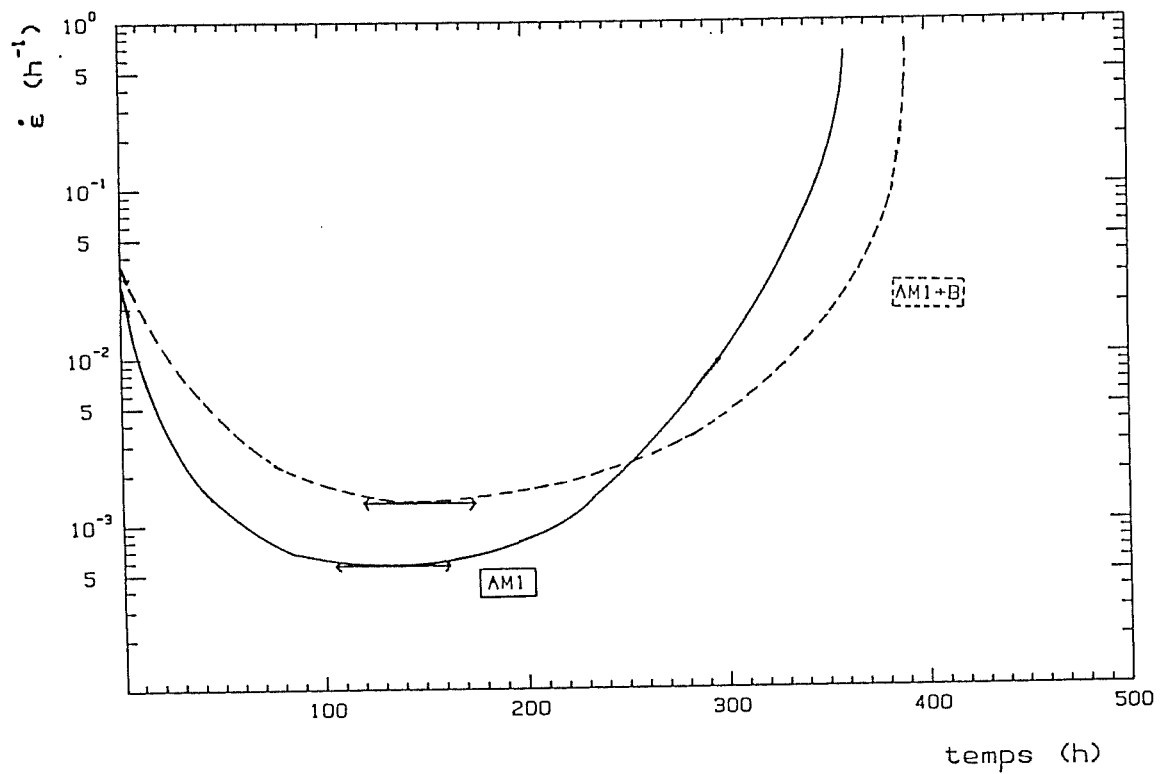


Figure III.9 : Variations de la vitesse de fluage en fonction du temps pour les alliages AM1 et AM1 + B.

L'épaisseur de la phase γ' est identique pour les deux alliages et ne varie pas jusqu'à environ 0,5% de déformation. A partir de cette valeur, cette phase épaissit d'un facteur 5 jusqu'à la rupture (Fig. III.8). Cette rupture de pente existant aussi sur la courbe d'épaississement de γ (Fig. III.7) intervient pour les deux alliages lorsque la vitesse de fluage croît continûment jusqu'à la rupture (Fig. III.9). En fait, ce phénomène se déroule au début du stade de fluage tertiaire et correspond finalement à une instabilité plastique.

Des études sur du NASAIR 100 flué à 1000°C (44) et sur l'alliage MMT 143 à 982°C et 1038°C (45) ont montré qu'effectivement la traversée moyenne de la phase γ' demeure constante jusqu'à la fin du fluage secondaire. Les auteurs ont remarqué de plus que $\bar{L}(\gamma')$ croît seulement durant le stade de fluage tertiaire (45).

Donc, l'effet du Bore, a priori, semble se manifester uniquement durant le fluage primaire où malgré une déformation plus importante, l'épaisseur de la matrice γ reste inférieure à celle de l'alliage de référence. Pour un même épaississement global de la matrice pendant la totalité de l'essai pour les deux alliages, celui dopé au Bore présente un taux d'épaississement de l'ordre de 10% pendant les 6 premières heures de fluage alors que ce taux avoisine 20% pour l'alliage de référence durant le même laps de temps.

III.2.2.2. Evolution du nombre de connexité de la matrice γ

Un des phénomènes marquants approfondi par A. Fredholm (6) concernait la nature de la phase enveloppante au cours du fluage. En effet, il avait constaté sur l'alliage 221 qu'au bout d'un certain temps, le matériau présentait une structure où la phase γ' entoure la phase γ , situation inverse à celle de l'état initial (Fig. III.10). Le même type de graphe a été reproduit pour nos alliages sur la figure III.11. Les mesures ont été effectuées sur coupes longitudinales [100] à différents états de déformation (Fig. III.5) obtenus par des essais de fluage interrompus.

III.2.2.2.1. Rôle du Bore

La principale observation relative à l'effet du Bore concerne la décroissance de $N_c(\gamma)$ plus lente au début du fluage. Souvenons-nous qu'effectivement, la mise en radeaux s'installe beaucoup plus tardivement.

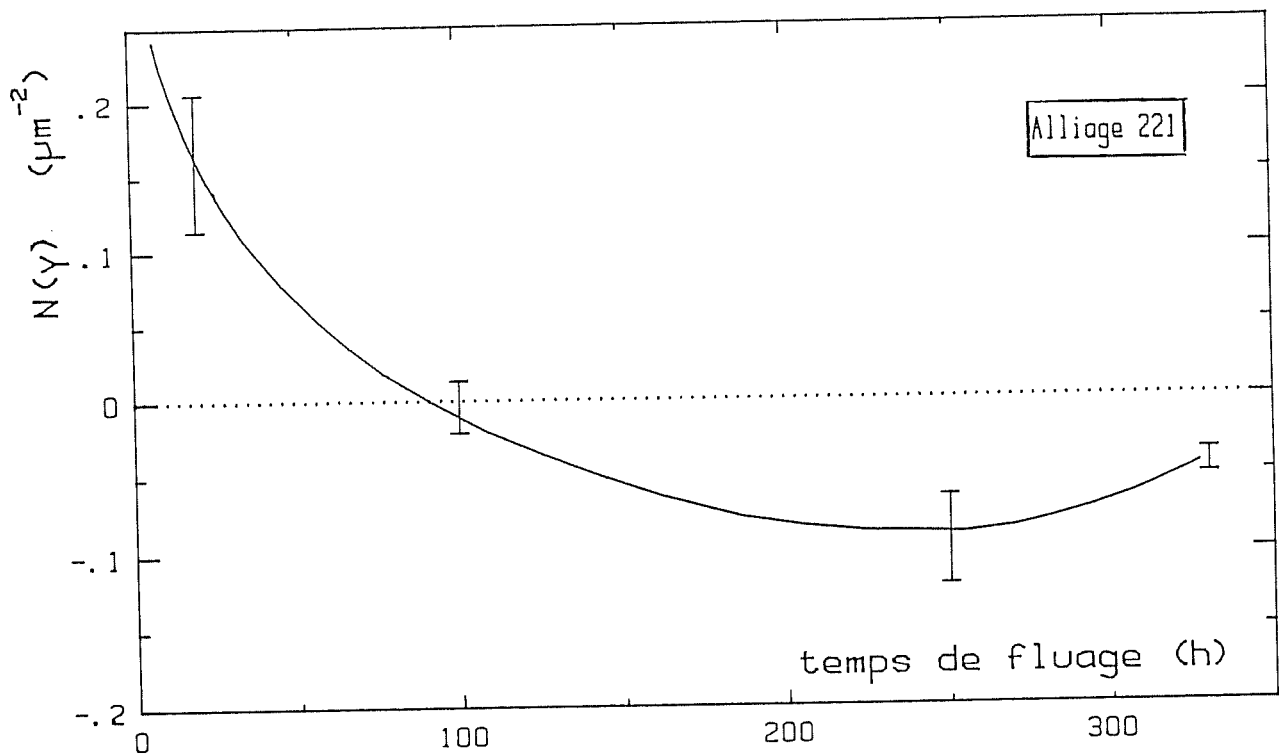


Figure III.10 : Evolution du nombre de connexité de la phase γ par unité de surface pour l'alliage 221 à 1050°C sous 140 MPa (6).

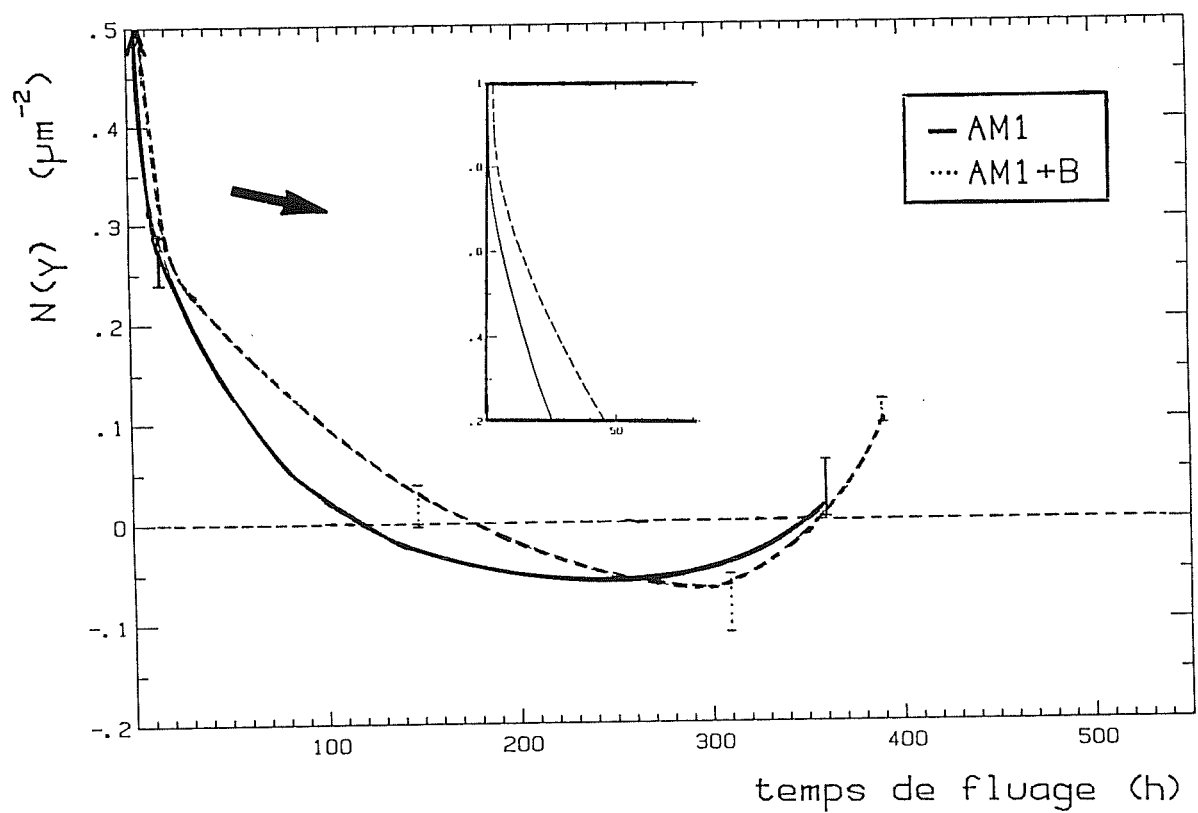


Figure III.11 : Evolution du nombre de connexité de la matrice γ par unité de surface pour les alliages AM1 et AM1 + B à 1050°C sous 140 MPa.

Alliage	Essai	t_0 (h)	ε_0 (%)	$\dot{\varepsilon}_s$ ($10^{-9} s^{-1}$)
AM1 + B	<u>Interrompu</u> $t_f = 148$ h $\varepsilon_f = 0,54\%$	175	0,56	2,5
	<u>Rupture</u> $t_R = 390$ h $A_R = 9,6\%$	175	0,5	3,6
	<u>Interrompu</u> $t_f = 118$ h $\varepsilon_f = 0,58\%$	258	0,91	6,56
AM1	<u>Interrompu</u> $t_f = 195$ h $\varepsilon_f = 0,75\%$	258	0,85	4,44
	<u>Rupture</u> $t_R = 360$ h $A_R = 14,5\%$	105	0,2	1,5
AM1 + Mg	<u>Rupture</u> $t_R = 500$ h $A_R = 7\%$	293	2,05	12,5
221 (6)	<u>Rupture</u> $t_R = 330$ h $A_R = 22\%$	92	0,34	3,0

Tableau III.2 : Temps de fluage $t_0(N_c(\gamma) = 0)$ et vitesses de fluage stationnaire pour différents alliages.

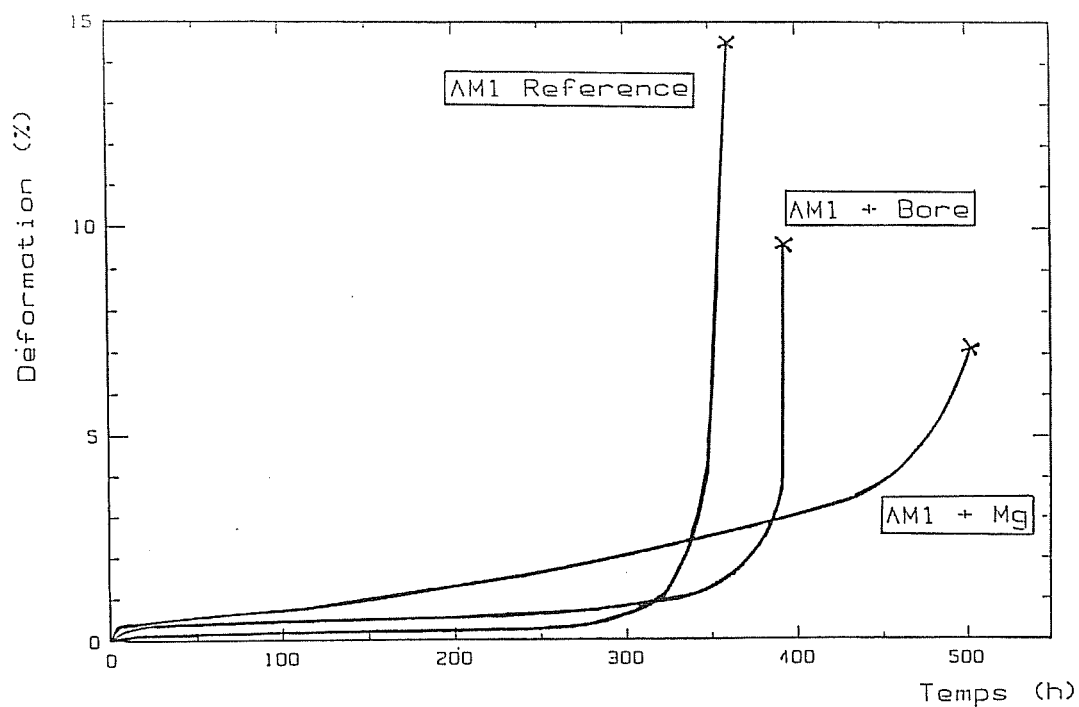


Figure III.12 : Courbes de fluage rupture à 1050°C sous 140 MPa des alliages AM1 , AM1 + B , AM1 + Mg.

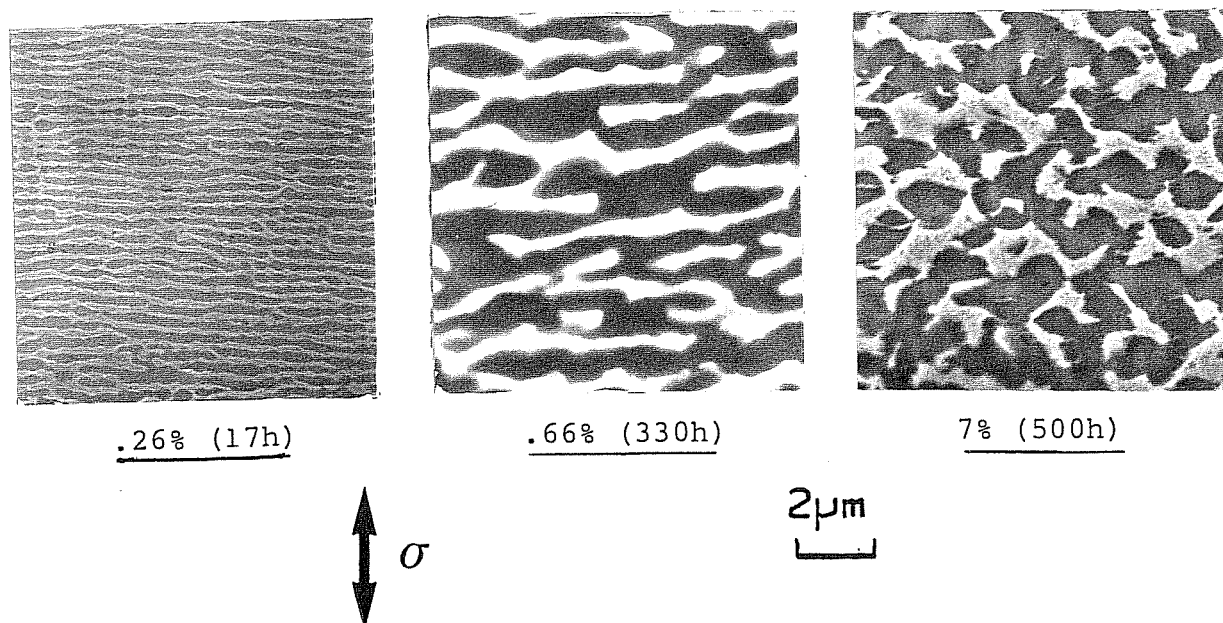


Figure III.13 : Coupes longitudinales (100) d'éprouvettes d'alliage AM1 + Mg fluées à 1050°C sous 140 MPa.

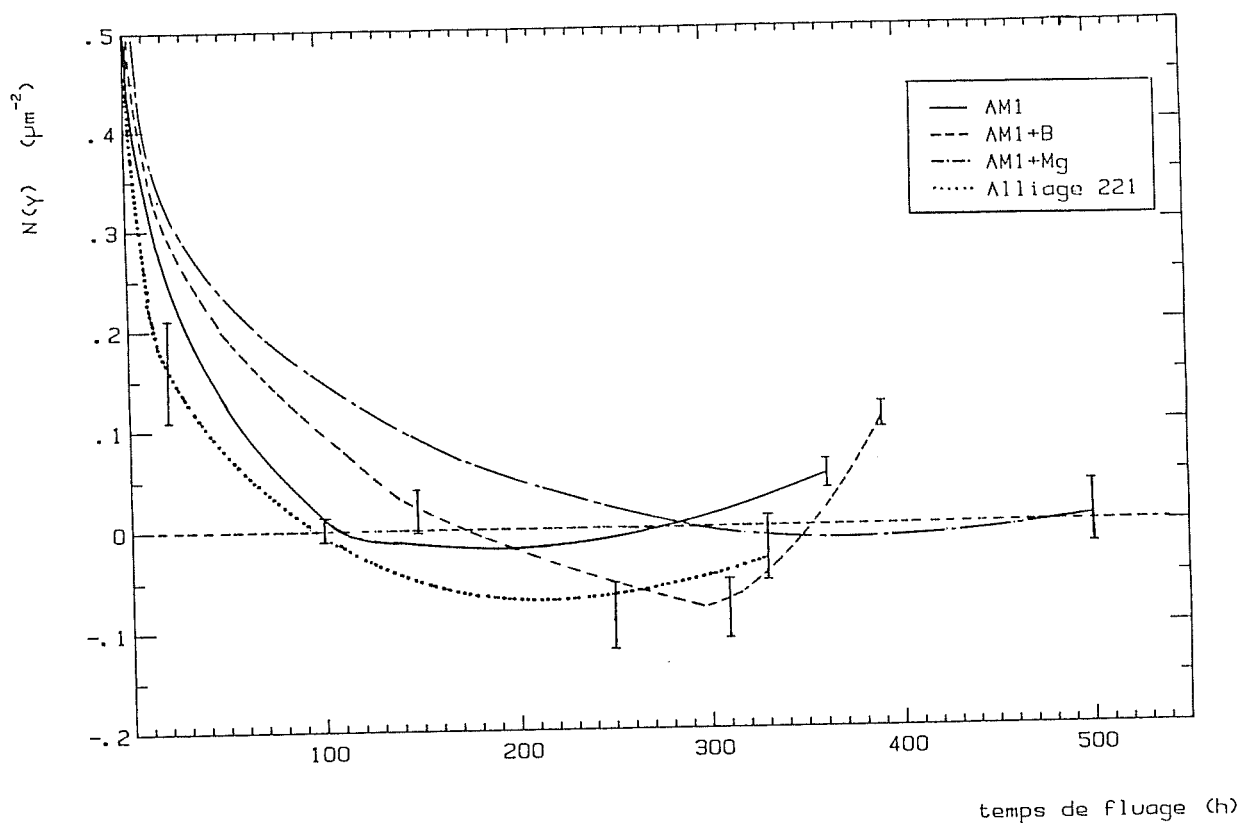


Figure III.14 : Evolution du nombre de connexité de la phase γ par unité de surface en fonction du temps de fluage à 1050°C sous 140 MPa pour les alliages AM1 , AM1 + B, AM1 + Mg et 221 (6).

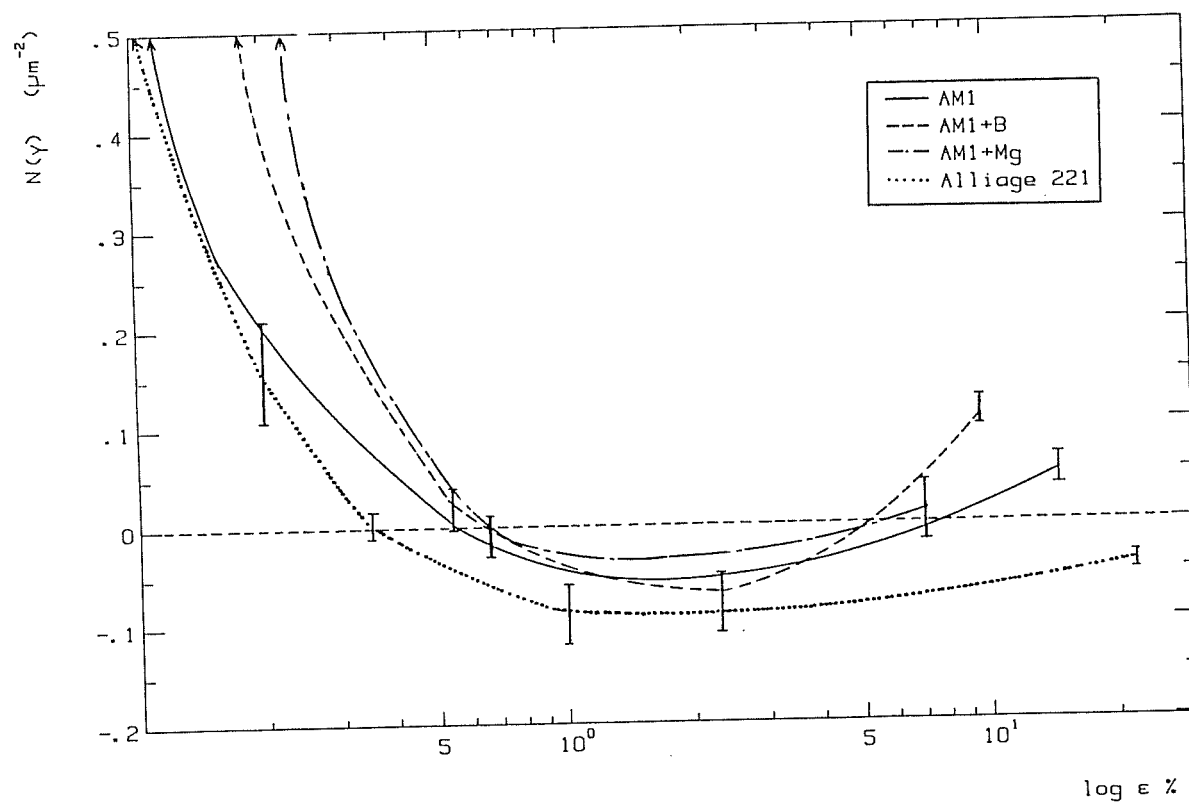


Figure III.15 : Evolution du nombre de connexité de la phase γ par unité de surface en fonction de la déformation de fluage à 1050°C sous 140 MPa pour les alliages 221 (6), AM1, AM1 + B, AM1 + Mg.

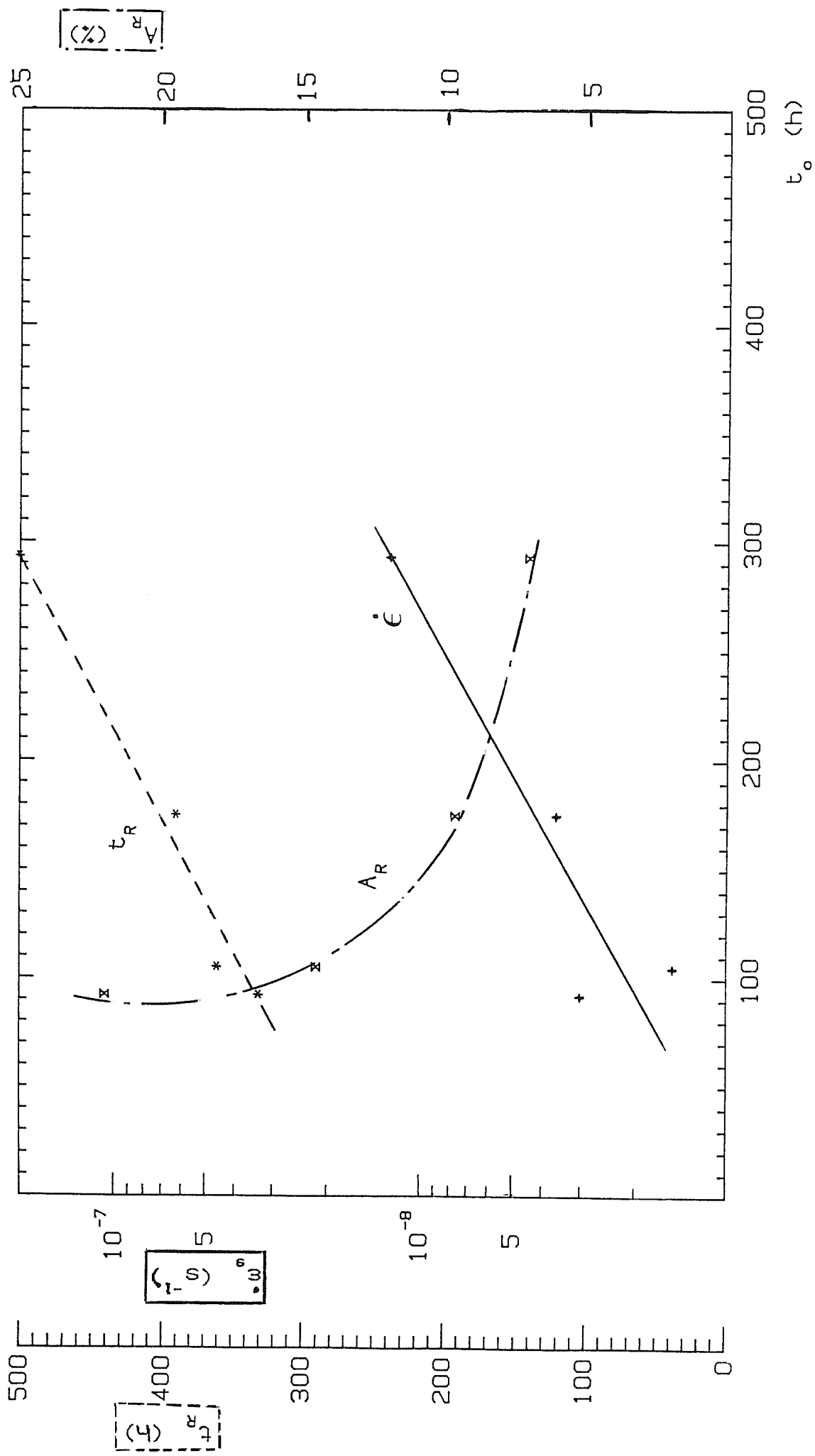


Figure III.16 : Corrélations entre t_0 et, d'une part la vitesse de fluage secondaire $\dot{\epsilon}_s$, d'autre part, l'allongement à rupture A_R et la durée de vie t_R pour les alliages AM1, AM1 + B, AM1 + Mg et 221 (t_0 est le temps pour lequel $N(\gamma) = 0$).

Par contre, à partir d'une centaine d'heures, les variations de ce paramètre sont identiques jusqu'à la rupture. Ceci corrobore bien le fait que, lors de l'instauration du régime de fluage secondaire, le Bore n'a plus aucun effet, aussi bien sur le comportement macroscopique du matériau que sur la morphologie de coalescence.

III.2.2.2.2 Relation entre $N_c(\gamma)$ et comportement mécanique de ces alliages en fluage.

Un examen attentif de l'évolution du nombre de connexité révèle l'importance du paramètre t_0 correspondant au temps de fluage pour lequel $N_c(\gamma)$ devient négatif. En effet, il semble que t_0 augmente avec la vitesse de fluage secondaire $\dot{\epsilon}_s$ (Tableau III.2). La déformation $\epsilon_0(\%)$ au temps t_0 est aussi indiquée.

Le comportement en fluage de l'alliage AM1 + Mg (Fig. III.12) présente une durée de vie importante (500h) mais une faible ductilité ($A_R = 7\%$). Nous noterons aussi qu'il n'existe pas à proprement parler de stade secondaire. Après un fluage primaire très peu étendu (quelques heures seulement), apparaît le stade "tertiaire" avec $\dot{\epsilon}_f$ croissante jusqu'à la fin de l'essai. Une étude par analyse d'image sur micrographies de coupes longitudinales (100) de cet alliage flué à deux états de déformation ainsi qu'à rupture (Fig. III.13) montre que $N_c(\gamma)$ reste positif pendant la quasi-totalité de la durée de vie du matériau (Fig. III.14). C'est la raison pour laquelle t_0 (AM1 + Mg) atteint une valeur importante, 293h. $N_c(\gamma)$ passe vraisemblablement par un minimum négatif d'après l'allure générale des courbes. Remarquons de même que la vitesse de fluage avant l'apparition du stade tertiaire est multipliée pratiquement par un facteur 10 par rapport à l'alliage de référence.

Sur la figure III.15, toutes les courbes se regroupent en un faisceau unique durant le stade de fluage secondaire quel que soit l'alliage et sa durée de vie. Cela signifie que la cinétique de coalescence orientée à très haute température ne dépend que de la déformation et très peu du temps.

Finalement, le paramètre qui semble décisif dans le comportement des alliages est t_0 . Ainsi, on remarque que lorsque le nombre de connexité de la phase γ devient négatif plus tardivement, c'est-à-dire quand t_0 est grand, la durée de vie augmente et l'allongement à rupture diminue (Fig. III.16). Il existe aussi une corrélation entre la vitesse de fluage secondaire et t_0 comme on le constate sur cette figure.

III.2.2.3. Conclusions partielles

Nous venons donc de constater que dans l'alliage dopé au bore :

- la déformation primaire est plus importante,
- la vitesse de fluage secondaire est pratiquement identique à celle de l'alliage de référence,
- la durée de vie est semblable mais l'allongement à rupture pratiquement deux fois plus faible,
- la morphologie en plaquettes s'installe moins rapidement et le nombre de connexité de la matrice γ décroît plus lentement,
- la cinétique d'épaississement de la matrice γ est plus faible en début de fluage,
- elle est semblable à celle de l'alliage vierge par la suite,
- l'évolution de l'épaisseur de la phase γ' est identique pour les deux alliages.

Nous avons de plus fait ressortir le rôle du paramètre t_0 donc de l'influence de $N_c(\gamma)$ sur le comportement macroscopique en fluage des alliages.

III.2.3. MECANISMES DE DEFORMATION PAR MET

Quelles sont les structures de dislocations en début de fluage pour l'alliage dopé au bore ? Existe-t-il des différences pouvant expliquer les phénomènes observés macroscopiquement et peuvent-elles être reliées à l'effet de cet élément ? Pour répondre à ces questions, des lames minces ont été prélevées dans le fût des éprouvettes fluées et observées par microscopie électronique à transmission.

III.2.3.1. Etat initial avant fluage

Nous avons vu dans le chapitre II que les alliages de référence et dopé au Bore ne présentent pratiquement pas de dislocations après la gamme de traitements thermiques. Les seules sources de dislocations mobilisables sont en fait constituées par les sous-joints, plus nombreux d'ailleurs dans l'alliage dopé au Bore. La densité de dislocations est très faible, de l'ordre de 10^{11} m^{-2} .

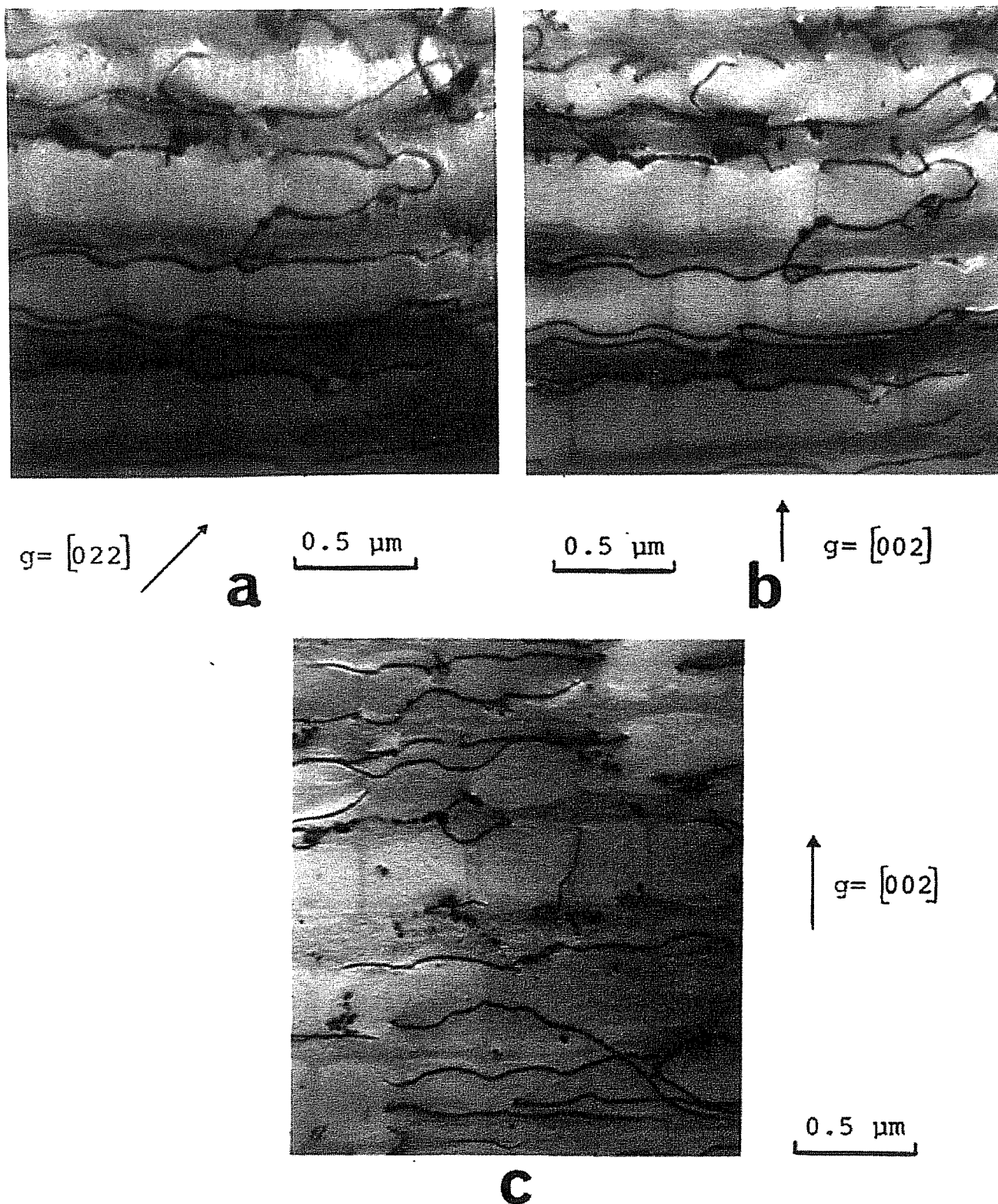


Figure III.17 : Structures de dislocations observées dans une lame [100] de l'alliage AM1 + B après 6h de fluage à 1050°C sous 140 MPa (la déformation est < 0.15%).

- a) et b) même zone sous deux conditions de diffraction
- c) autre zone.

a

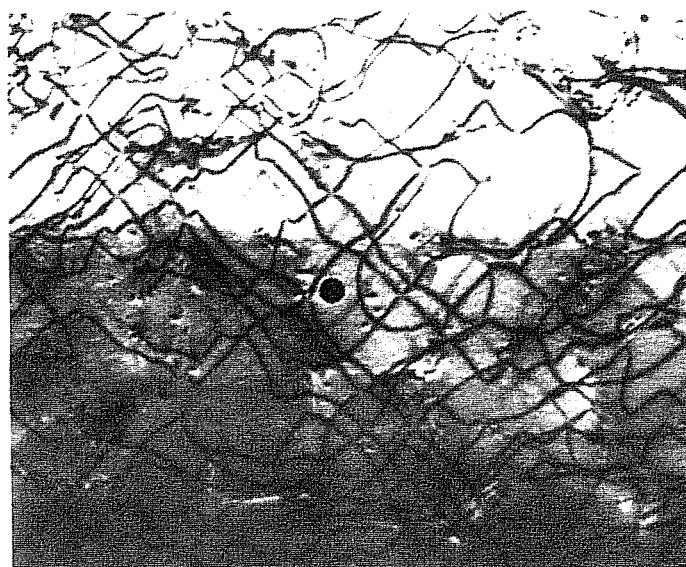


$$g = [200]$$



$0.5 \mu\text{m}$

b



$$g = [020]$$



$0.5 \mu\text{m}$

c

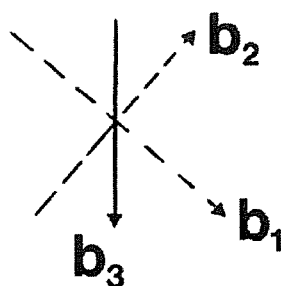


Figure III.18 : Structures de dislocations de l'alliage AM1 + B flué jusqu'à 0.18% en 6h - Lamé $[001]$.

III.2.3.2. Alliage au Bore, premiers instants du fluage, $\epsilon_f < 0,18\%$

Des lames minces de normale (100) ont été découpées dans le fût de l'éprouvette d'AM1 + B fluée jusqu'à 0,18% de déformation mais très près des congés. Ainsi, nous sommes en mesure d'étudier la configuration de dislocations présentes dans un état de déformation moins avancé que 0,18% (Figure III.17).

Les micrographies a et b représentent la même zone mais sous deux conditions de diffraction. Trois remarques s'imposent :

- la densité de défauts a considérablement augmenté ($\simeq 1$ à $5 \cdot 10^{12} \text{m}^{-2}$) par rapport à l'état initial et de longues lignes de dislocations $b = \pm \frac{1}{2} [101]$ apparaissent le long d'une direction $\langle 020 \rangle$ dans les couloirs de matrice horizontaux,
- on peut deviner le début de coalescence par le fait que les précipités γ' commencent à s'accoler dans une direction perpendiculaire à l'axe de la contrainte : murs de γ très minces, voire inexistants,
- une troisième phase est présente par endroits sous forme de fins précipités de forme sphérique, d'une taille variant entre 0,02 μm et 0,1 μm .

Le même type de structure de dislocations apparaît sur la figure III.17 c et leurs vecteurs de Burgers ont été identifiés : $b = \pm \frac{1}{2} [\bar{1}01]$.

Ces dislocations en position coin sont plaquées dans les interfaces γ/γ' horizontales (001) à 45° de ces dernières. Puisqu'elles s'alignent dans une direction de type $\langle 200 \rangle$, cela signifie qu'il y a eu glissement dévié répété dans les plans $\{111\}$ de la matrice.

III.2.3.3. Alliage au Bore, $\epsilon_f = 0,18\%$ (6h)

L'examen d'une lame (001) prélevée au milieu du fût de l'éprouvette révèle une densité de dislocations déjà très importante (Fig. III.18). De telles configurations ne sont pas très claires à dépouiller mais trois familles de dislocations prédominent.

Les dislocations des familles 1 et 2 qui forment un quadrillage orthogonal sur les micrographies a et b de la figure III.18 s'alignent dans des directions de type $\langle 220 \rangle$ dans les couloirs horizontaux de la matrice. Ces

dislocations $b_1 = \pm \frac{1}{2} [011]$ et $b_2 = \pm \frac{1}{2} [0\bar{1}1]$ glissent donc dans des plans de type $\{111\}$. Ces mêmes dislocations se retrouvent dans une configuration identique de glissement simple sur la figure III.19. La famille la plus importante visible sur la figure III.18 a est constituée par des dislocations de vecteur de Burgers $b_3 = \pm \frac{1}{2} [101]$ en très forte densité dans les interfaces γ/γ' (100). L'aspect légèrement tortueux de leurs lignes témoigne de leurs tentatives de s'incruster dans les interstices plus étroits. Ces configurations correspondent probablement aux dislocations de la figure III.17 qui ont ensuite monté au cours du fluage le long de ces interfaces (100) après glissement dévié répété dans les couloirs normaux à l'axe de sollicitation.

Voyons maintenant quelles sont les configurations de dislocations en tout début de fluage dans l'alliage AM1 de référence. Présente-t-il les mêmes mécanismes de déformation que l'alliage 221 ?

III.2.3.4. Alliage de référence, premiers instants du fluage

Les micrographies de la figure III.20 proviennent d'une lame $\langle 001 \rangle$ prélevée près des congés de l'éprouvette. Les dislocations présentes sont donc témoins des mécanismes de déformation de fluage dès les premiers instants de l'essai.

Ainsi, on peut observer des phénomènes de glissement dévié répété dans une direction générale de type $\langle 200 \rangle$ mais les dislocations n'ont pas encore tourné vers la position coin. Suivant les zones de la lame, un ou deux systèmes de glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$ sont excités. A. Fredholm avait trouvé exactement le même type de structure dans l'alliage 221 au bout de 0,02% de déformation (6). Lorsque la déformation est légèrement plus importante, la densité de défauts augmente davantage mais les phénomènes de glissement dévié répété dans les couloirs de matrice normaux à l'axe de la contrainte sont encore prépondérants (Fig. III.20 b).

III.2.3.5. Alliage de référence, $\varepsilon_f = 0,1\%$ (6h) (Fig. III.21)

L'analyse détaillée de la région centrale des micrographies révèle la présence de dislocations "statiques" de vecteur de Burgers $b = \pm \frac{1}{2} [\bar{1}10]$ plaquées dans les interfaces γ/γ' (001). Elles sont apparues par combinaison de dislocations glissiles $\pm \frac{1}{2} [\bar{1}0\bar{1}]$ et $\pm \frac{1}{2} [011]$ qui ont été identifiées dans le réseau de la figure III.21 c.

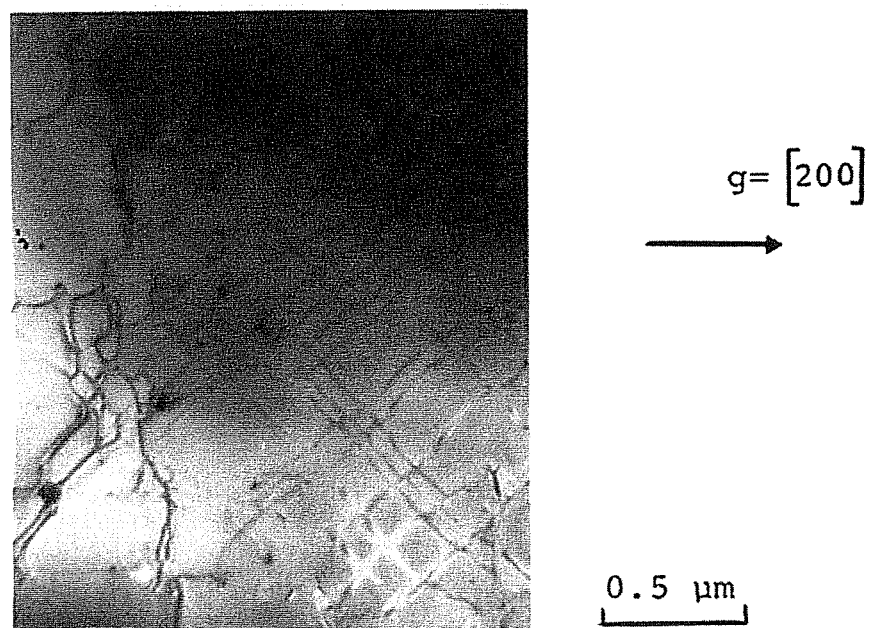
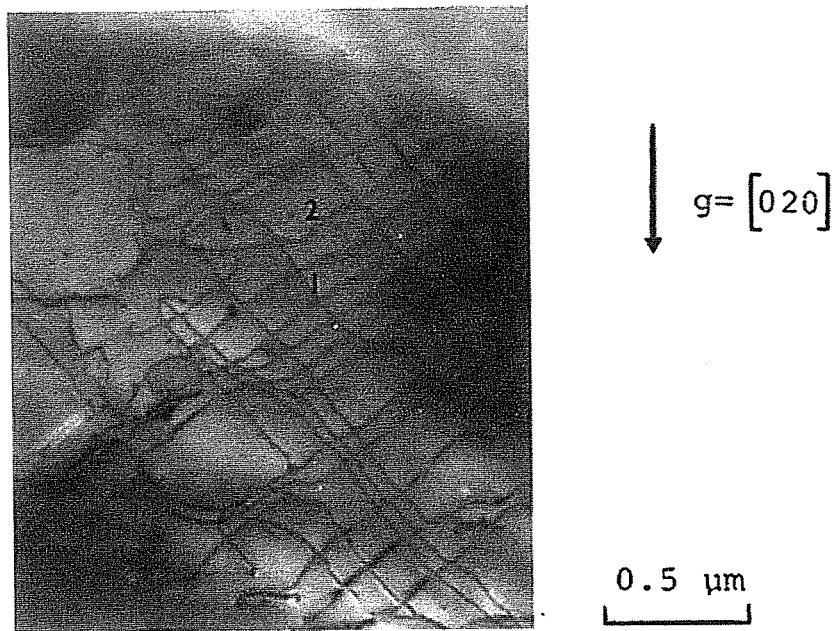
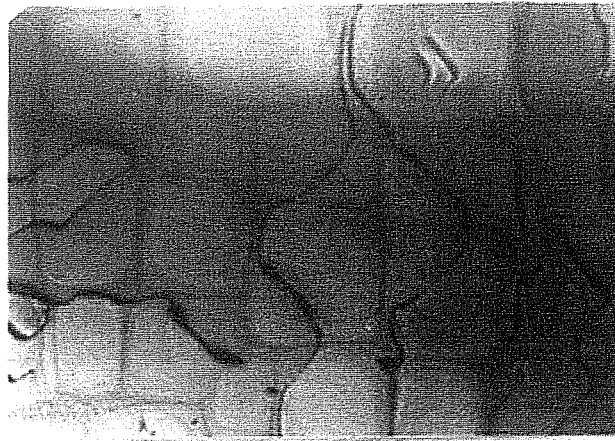


Figure III.19 : Glissement simple de dislocations $b = \pm \frac{1}{2} [0\bar{1}1]^+$ dans les plans de type $\{111\}$ dans l'alliage AM1 + B flué à 1050°C sous 140 MPa ($\epsilon_r = 0.18\%$).

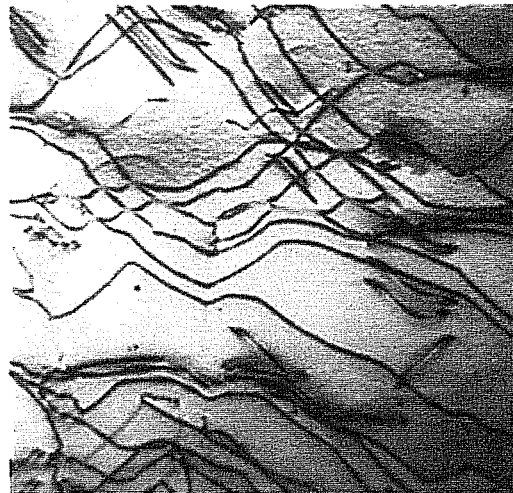
a



$$g = [\bar{2}00]$$

0.5 μm

b



$$g = [200]$$

0.5 μm

c

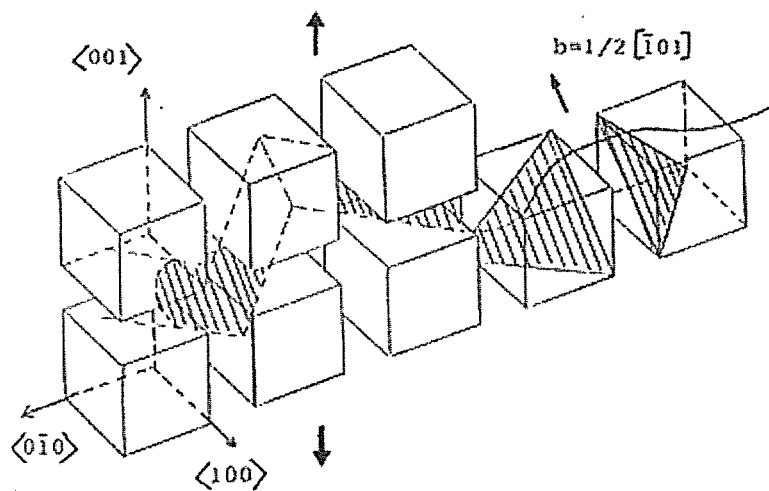


Figure III.20 : Phénomènes de glissement dévié répété dans les plans $\{111\}$ de la matrice observés dans une lame $[001]$ de l'alliage AM1 très peu déformé à 1050°C sous 140 MPa pendant 6h.

- a) deux systèmes activés
- b) région peu déformée
- c) schéma expliquant ce phénomène.

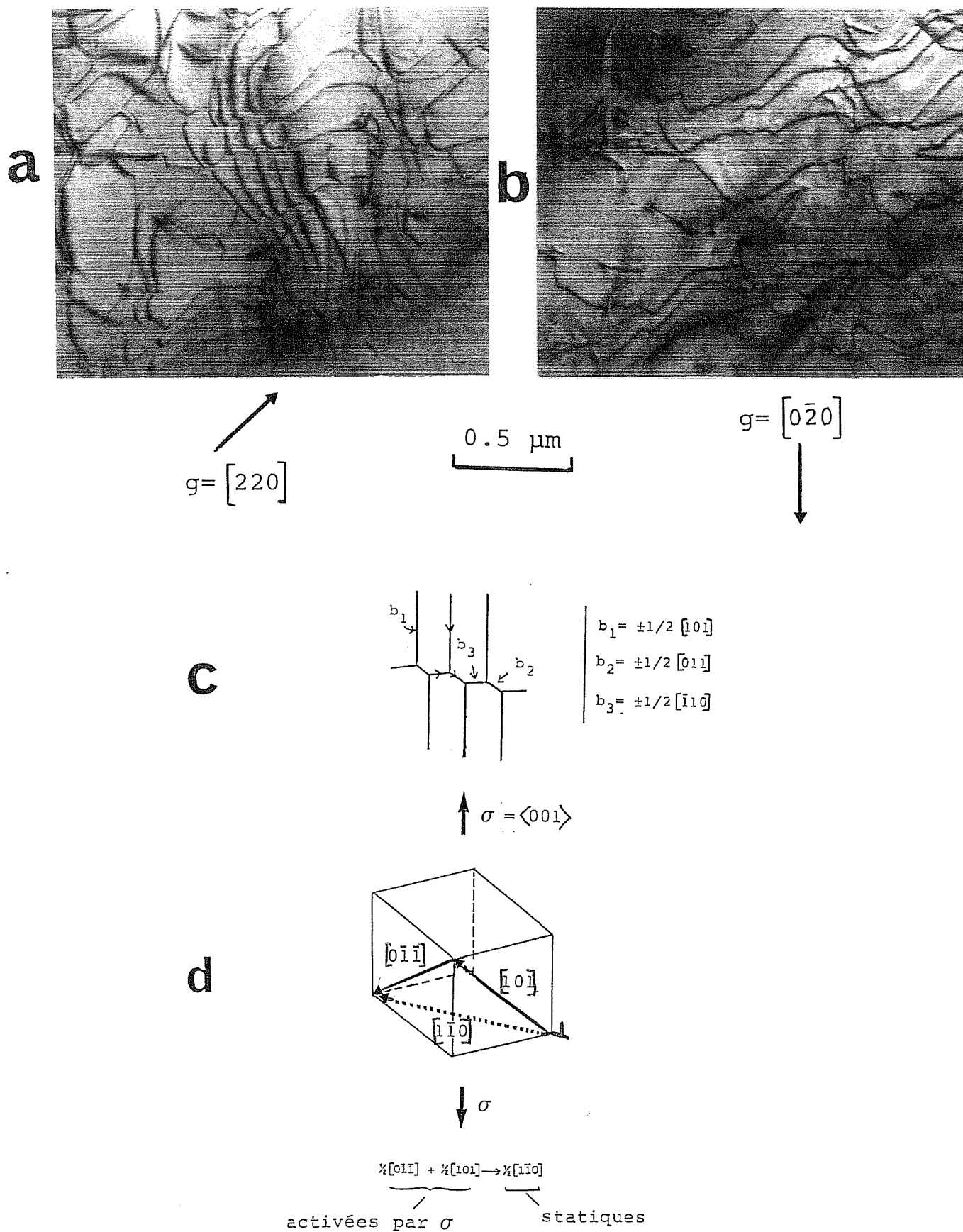
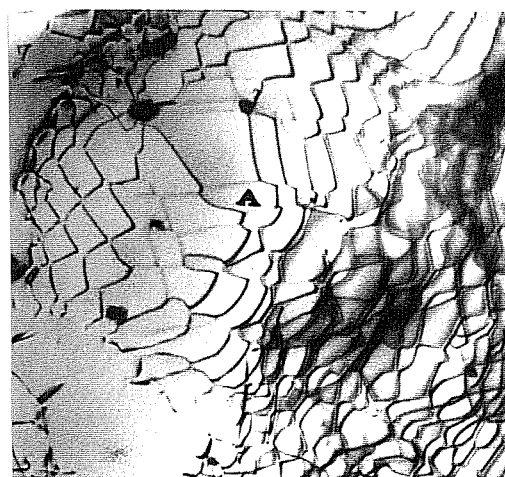


Figure III.21 : Réseaux de dislocations présents dans une lame $[001]$ de l'alliage AM1 flué à 1050°C sous 140 MPa jusqu'à $0,1\%$ de déformation pendant 6 h .

- a) et b) mêmes zones sous deux conditions de diffraction
- c) description schématique des réseaux
- d) définition d'une dislocation "statique".



a

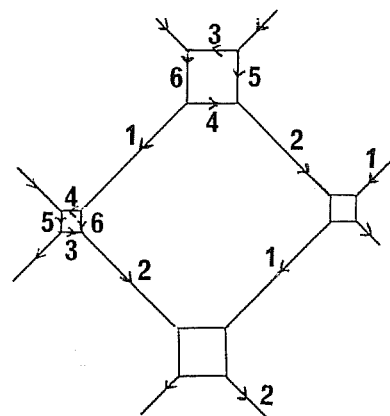
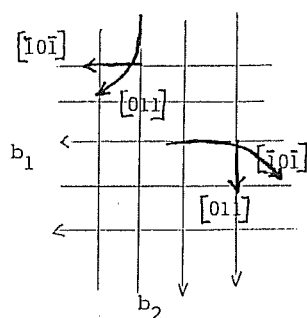
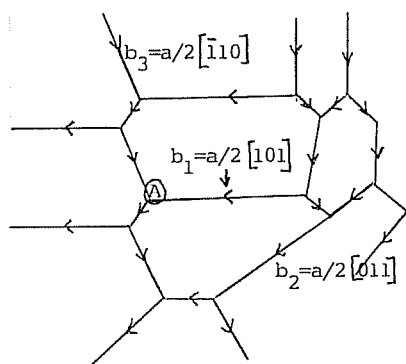


b

Figure III.22 : Aspect des réseaux de dislocations à l'interface γ/γ' après fluage à 1050°C sous 140 MPa.

a) alliage AM1 + B : 0.54% (148h)

b) alliage AM1 + Mg : 0.66% (330h).



$$\left[\begin{array}{l} b_1 = \frac{a}{2} |\bar{1}\bar{1}0| \\ b_2 = \frac{a}{2} |\bar{1}\bar{1}0| \\ b_3 = \frac{a}{2} |\bar{1}0\bar{1}| \\ b_4 = \frac{a}{2} |10\bar{1}| \\ b_5 = \frac{a}{2} |0\bar{1}1| \\ b_6 = \frac{a}{2} |0\bar{1}1| \end{array} \right]$$

Schéma III.2 : Description de la zone A de la figure III.22a.

Schéma III.4 : Configuration des dislocations de la figure III.22b.

Ainsi, assez rapidement, les dislocations qui se propagent par glissement dévié répété s'arrangent entre elles, assistées probablement par des phénomènes de montée et forment des réseaux appelés "réseaux statiques" où apparaissent des dislocations non activées par la contrainte suivant [001] (Fig. III.21d). C'est pourquoi la déformation de fluage est très faible (0,1%); la coalescence orientée a déjà débuté après seulement 6h de fluage car les phénomènes de diffusion sont très importants et les dislocations restent confinées dans les couloirs horizontaux de la matrice.

Aucune dislocation n'est visible dans les précipités γ' donc cette phase n'est pas encore cisailée à cette étape du fluage.

III.2.3.6. Stade de fluage secondaire

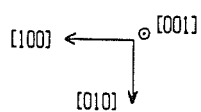
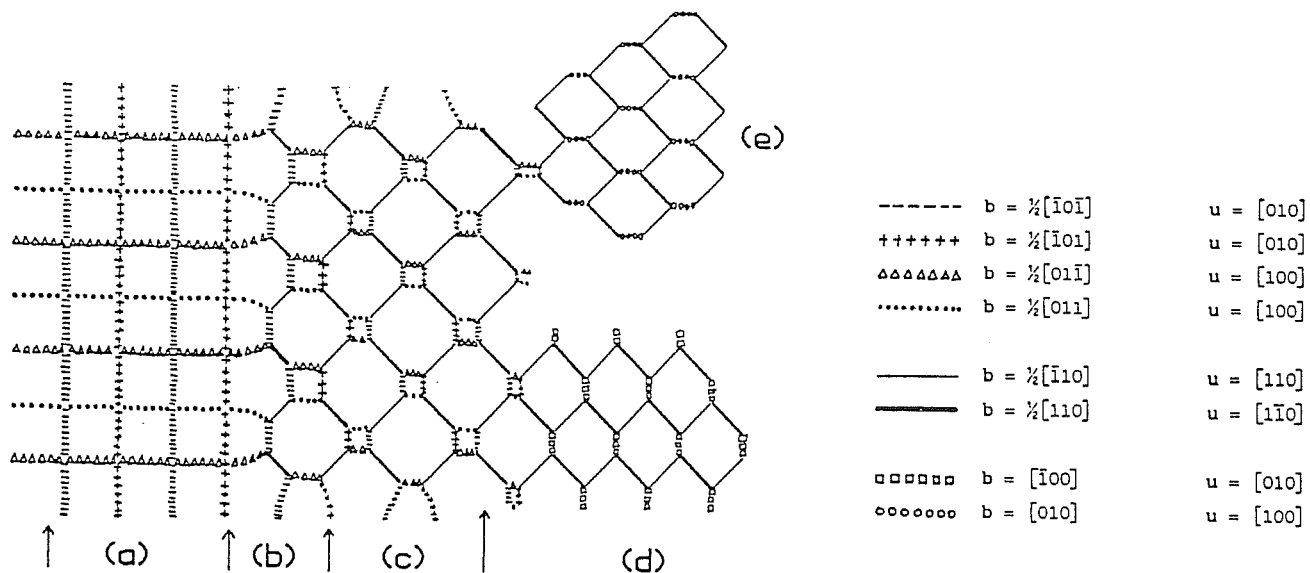
L'étude de la micrographie de la figure III.22 a représentant une lame $\langle 001 \rangle$ de l'alliage AM1 + B flué à 1050°C jusqu'à 0,54% de déformation permet les constatations suivantes :

- existence de dislocations "statiques" : $b = \pm \frac{1}{2} [\bar{1}10]$,
- elles s'alignent le long de directions de type $\langle 220 \rangle$ (Schéma III.2).

En fait, cette étape représente exactement la formation des dislocations $\pm \frac{a}{2} [\bar{1}10]$ par interaction entre les dislocations $\frac{a}{2} [011]$ et $\frac{a}{2} [\bar{1}0\bar{1}]$, système énergétiquement favorable. L'étape A du modèle d'A. Fredholm (6) représente ce mécanisme du début de fluage dans l'alliage 221 (schéma III.3).

L'étape B du schéma III.3 constitue la configuration intermédiaire avant la formation définitive des réseaux statiques. Ce stade apparaît clairement sur la figure III.22 b représentant une lame $\langle 001 \rangle$ de l'alliage dopé au Mg flué à 1050°C (Schéma III.4).

On constate donc que les réseaux statiques apparaissent comme dans l'alliage de référence lorsque la morphologie de coalescence s'est parfaitement établie. Les dislocations "statiques" sont plaquées dans les interfaces (001) et ces configurations très stables par rapport à la contrainte entraînent une déformation très faible et l'installation du régime stationnaire. Notons qu'un nombre assez important de précipités γ' sont cisailés par des paires de dislocations parfaites de la matrice (Fig. III.23) dans l'alliage au Bore après 1,4% de déformation. A ce moment, nous nous situons en fait à la fin du stade secondaire.



(la phase γ' est au dessus du plan de la feuille)

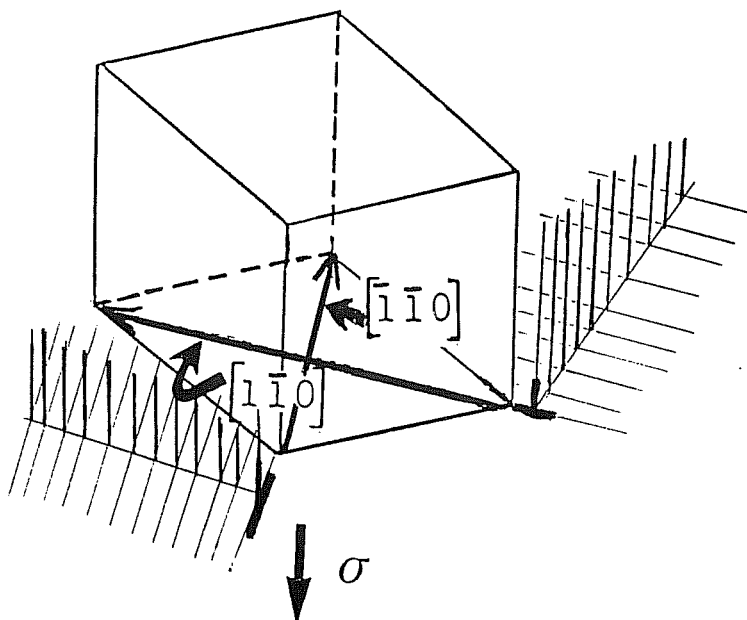
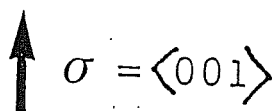


Schéma III.3 : Modélisation de la formation des réseaux statiques dans l'alliage 221 (6).

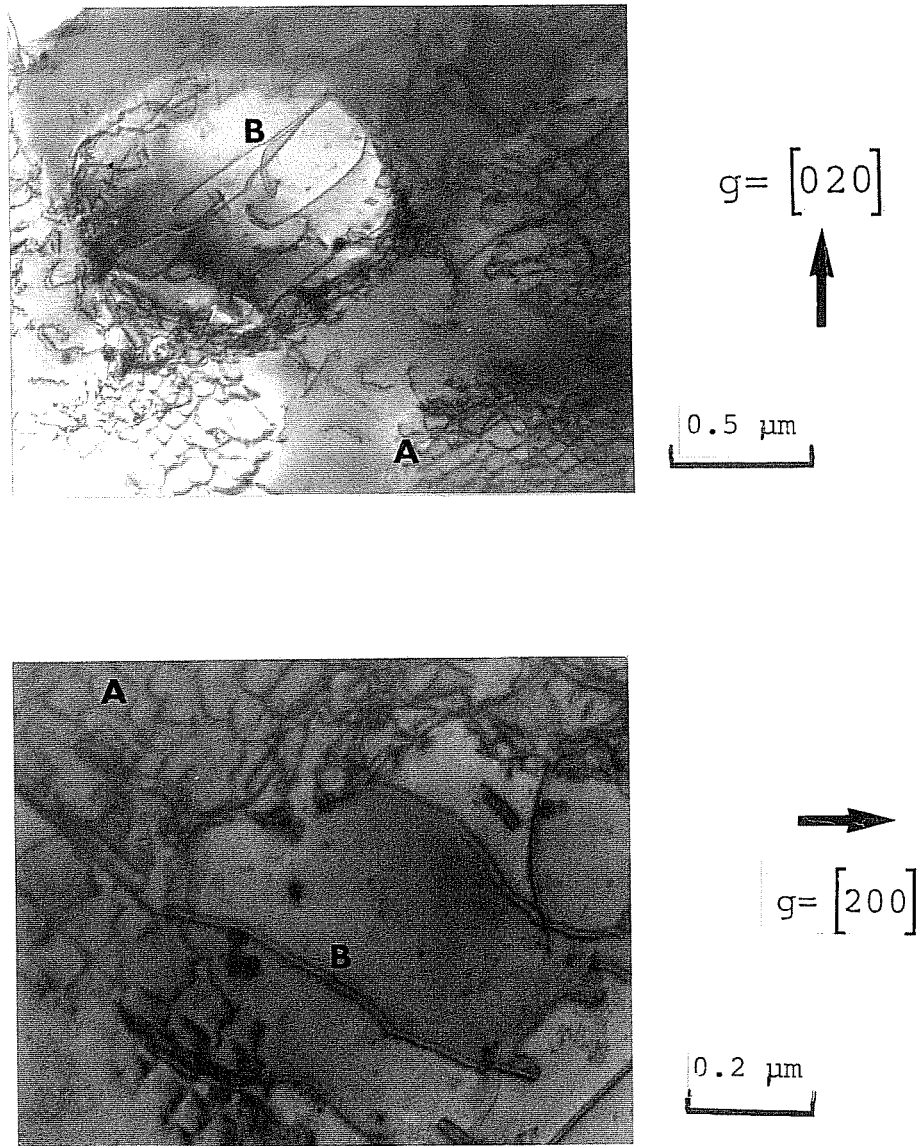


Figure III.23 : Structures de dislocations dans l'alliage AM1 + B après 1.4% de déformation.

- en A : réseaux dans les interfaces γ/γ'
- en B : paires de dislocations parfaites dans les précipités γ' .

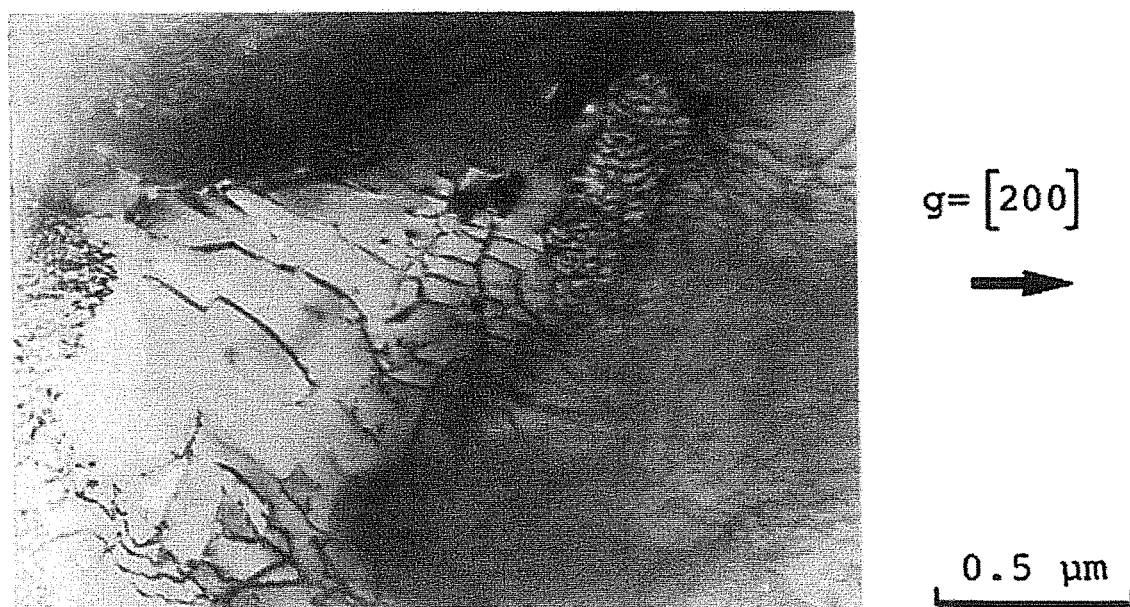
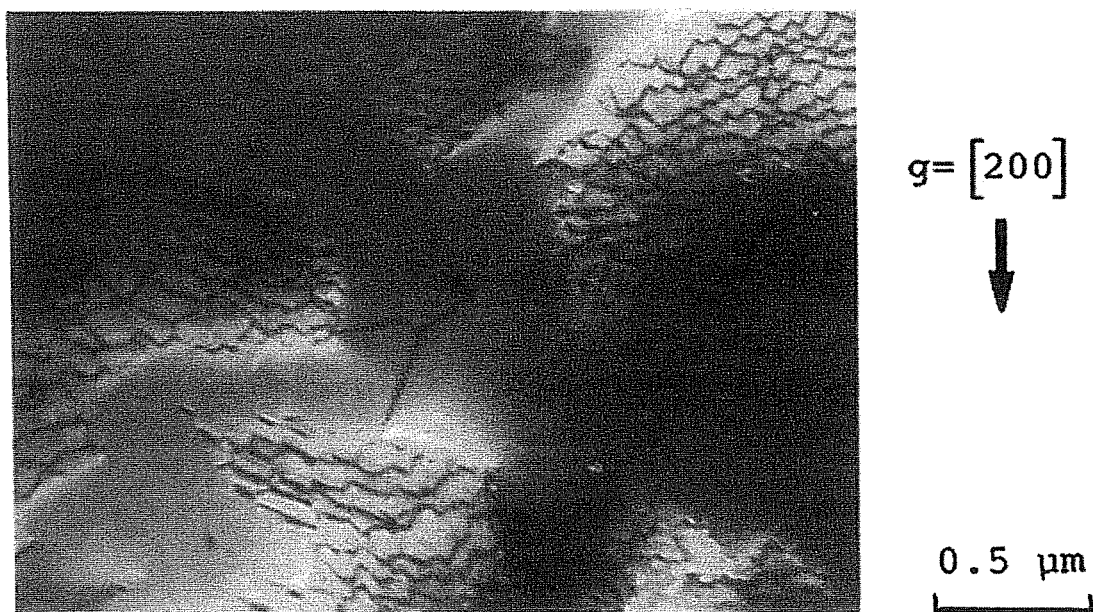


Figure III.24 : Réseaux de dislocations dans les interfaces γ/γ' après fluage à 1050°C et cisaillement de la phase γ' par des paires de dislocations parfaites dans l'alliage AM1 + B déformé de 9.6% ($t_R = 390\text{h}$).

III.2.3.7. Stade de fluage tertiaire (Fig. III.24)

Etant donné que la déformation à rupture reste encore relativement peu élevée (9,6%) pour l'alliage au Bore, une lame a été extraite du haut du fût de l'éprouvette. La densité de dislocations est très importante et elles forment des réseaux statiques avec existence aux noeuds de dislocations : $b = \pm a [100]$ ou $b = \pm a [010]$. Une fois de plus, le modèle d'A. Fredholm se trouve vérifié (étape C du schéma III.3). Evidemment, la phase γ' est largement cisailée par des paires de dislocations qui commencent même parfois à former des réseaux (Fig. III.24b). Ce cisaillement intempestif des deux phases conduit donc à une déformation importante et mène finalement à la rupture.

En résumé, le comportement macroscopique ainsi que les structures de dislocations sont semblables d'un alliage à l'autre à partir du moment où la structure en plaquettes est établie. Par contre, il n'en n'est pas de même durant les premiers instants de fluage.

III.2.4. MISE EN EVIDENCE DU ROLE DU BORE

III.2.4.1. Récapitulation des différences observées en début de fluage entre l'AM1 référence et l'AM1 dopé au Bore par MET

Pour l'AM1 référence, le même processus que pour l'alliage 221 (6) se développe. En effet, dès l'application de la contrainte, plusieurs systèmes de glissement sont activés et la déformation se propage essentiellement par glissement dévié répété d'un plan $\{111\}$ à un autre dans les couloirs de matrice perpendiculaires à l'axe de la contrainte (Fig. III.20 c). Les directions de ces dislocations ont permis d'imaginer le début du modèle reconstituant les réseaux statiques qui apparaissent plus tard (Schéma III.3). Des phénomènes de montée permettent d'assister localement le glissement, qui, lui, reste confiné dans les couloirs de matrice horizontaux.

Dans l'alliage dopé au bore, en tout début de fluage, les dislocations se propagent dans les couloirs de matrice horizontaux mais beaucoup moins par glissement dévié répété (Fig. III.18 et III.19). Elles peuvent d'ailleurs probablement cisailier la matrice γ même dans les couloirs verticaux qui existent encore (la coalescence ayant à peine débuté), conséquence du glissement simple. Le glissement dévié répété associé à une mise en réseaux précoce

Alliage	ϵ (%)	t_f (h)	d (μm)
AM1 (Fig. III.21 a)	0,1	6	0,11
AM1 (Fig. III.25 a)	0,15	20	0,08
221 (10) (Fig. III.25 b)	0,35	100	0,08
AM1 + B (Fig. III.23 b)	0,66	330	0,11
AM1 + B (Fig. III.18 a)	0,18	6	0,07
AM1 + B (Fig. III.22 a)	0,54	148	0,05
AM1 + B (Fig. III.23 a)	1,4	310	0,065
AM1 + B (Fig. III.24)	9,4	390	0,04

TABLEAU III.3. : Espacement entre dislocations pour les différents alliages flués à 1050°C sous 140 MPa.

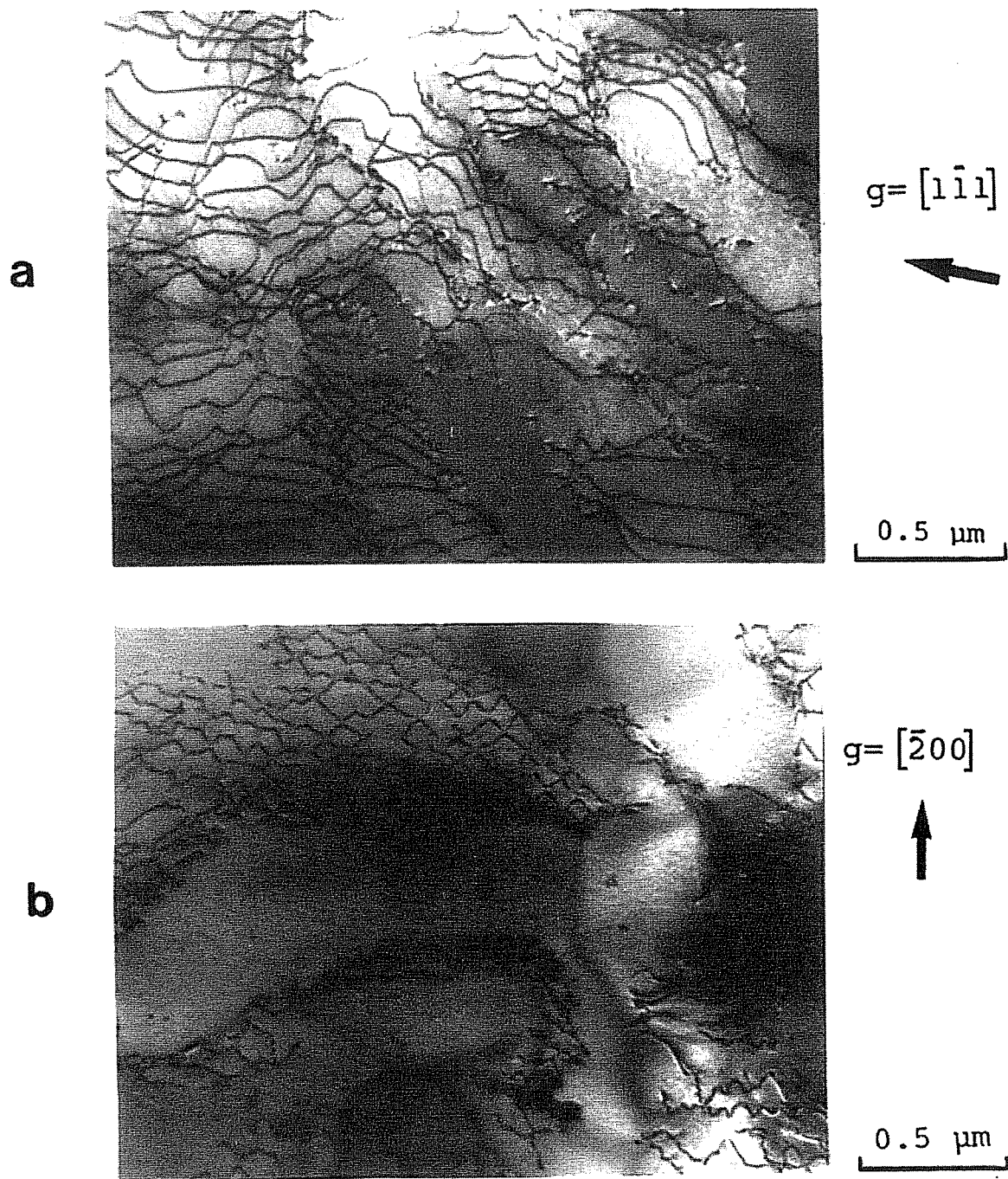


Figure III.25 : Structures de dislocations dans les interfaces γ/γ' après fluage à 1050°C sous 140 MPa :

- a) alliage AM1 : 0.15% (20h)
- b) alliage 221 : 0.35% (100h) (6).

interdit le glissement dans les faces verticales. Dans l'alliage au Bore, ce type de glissement étant beaucoup moins fréquent, les dislocations parviennent à atteindre ces endroits par glissement.

III.2.4.2. Evaluation de la densité de dislocations

Il semble donc qu'une très forte population de dislocations apparaît lors du fluage de l'alliage dopé au Bore. En effet, l'espacement d entre dislocations formant des réseaux dans les interfaces (001) est légèrement inférieur. La tableau III.3 donne une estimation de ce paramètre à plusieurs taux de déformation et pour différents alliages. Ces résultats renseignent qualitativement sur la densité de dislocations.

Les valeurs laissent à penser que la densité de dislocations dans l'alliage au Bore est pratiquement deux fois plus élevée que dans l'alliage AM1. L'émission des dislocations est vraisemblablement plus intense dans l'alliage dopé et il en résulte une déformation primaire plus importante. Quel rôle joue le Bore dans ce phénomène ?

III.2.4.3. Détection du Bore en solution solide

Une analyse du Bore par perte d'énergie a été tentée dans les interfaces γ/γ' verticales. Ce choix est gouverné par le fait que lors d'un essai de tension sur l'alliage, les faces (100) et (010) subissent plutôt des contraintes de compression et la migration du Bore vers ce type d'interface est très probable (46).

La localisation de cet élément n'a pu être mise en évidence. Par contre, les précipités observés sur les micrographies de la figure III.17 ont été analysés et ils sont très riches en B et en Cr (Annexe A.IV). Ils correspondent probablement aux microprécipités identifiés comme des borures dans l'alliage UDIMET 700 (40). En effet, ils se seraient formés par regroupement d'atomes de Bore préalablement en solution solide et qui auraient diffusé sur les dislocations. Le même phénomène a certainement eu lieu dans l'alliage dopé au Bore.

III.2.4.4. Récapitulation de l'effet du Bore lors du fluage de l'AM1 à 1050C sous 140 MPa

Les principales observations concernant l'effet du Bore en début de fluage sont énumérées ci-après :

- déformation primaire plus importante,
- épaississement de la matrice γ le long de l'axe de la contrainte moins rapide,
- établissement de la structure en radeaux retardé,
- phénomènes de glissement dévié répété moins fréquents,
- dislocations dans les interfaces verticales,
- densité de dislocations deux fois plus importante,
- existence de microprécipités riches en Bore sur les dislocations.

Par contre, nous avons vu que pendant le fluage stationnaire :

- la morphologie en plaquettes normales à la contrainte est parfaitement établie,
- les interfaces γ/γ' sont tapissées de "réseaux statiques",
- la vitesse de fluage est identique à celle de l'AM1 référence.

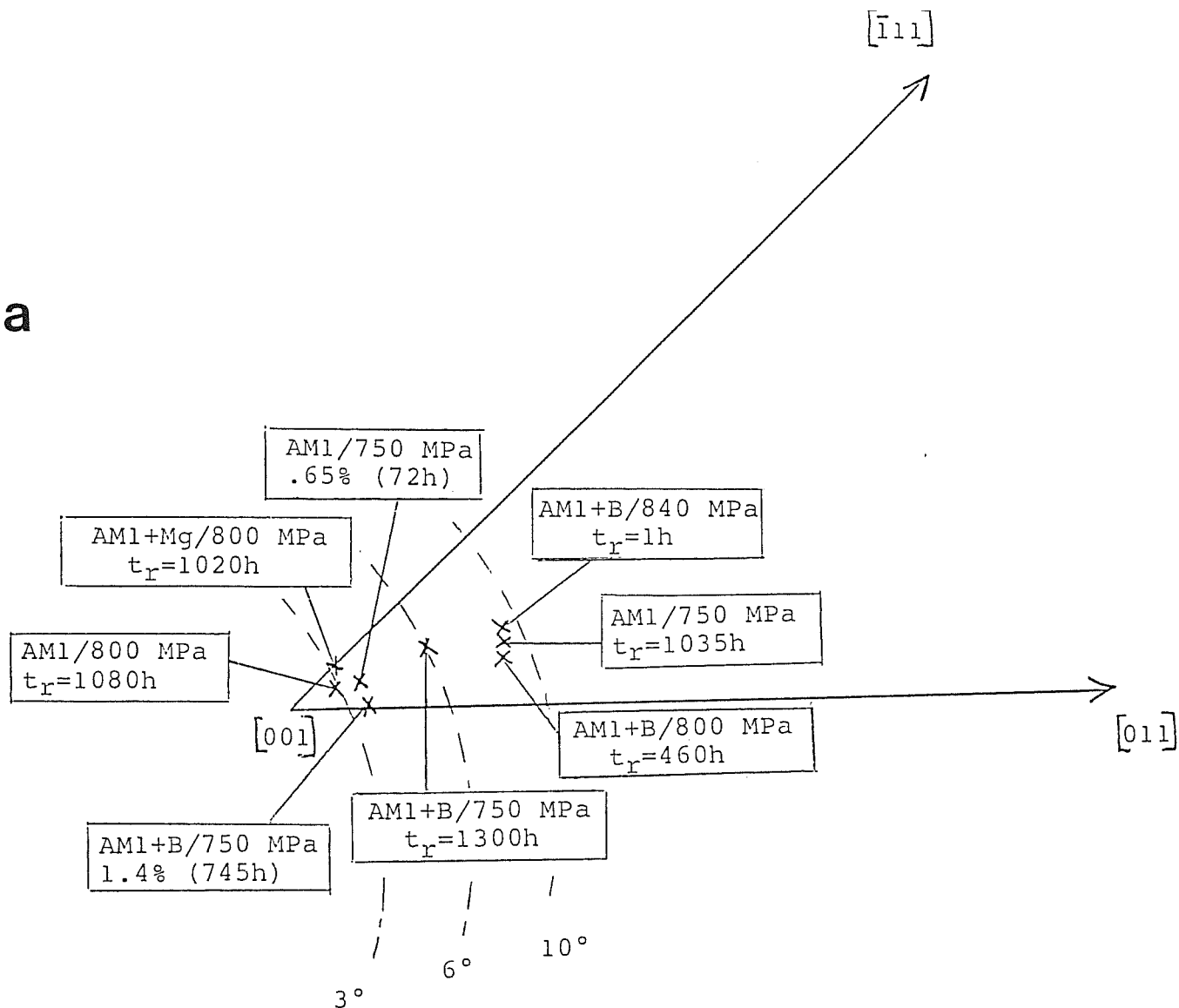
Donc, dans ce stade, le Bore n'a plus aucun effet sur le comportement du matériau.

III.3. FLUAGE A MOYENNE TEMPERATURE, 760°C

A cette température intermédiaire, le phénomène de coalescence orientée ne semble pas se manifester même après 1000 h de fluage. Pour des monocristaux d'orientation $\langle 001 \rangle$ et sous des contraintes élevées, la déformation opère tout d'abord par glissement octaédrique multiple $\{111\} \langle 110 \rangle$ dans la matrice conduisant rapidement à la formation de sous-réseaux de dislocations très denses aux interfaces γ/γ' . Ensuite, on observe le cisaillement des précipités γ' par glissement de type $\{111\} \langle 112 \rangle$, mécanisme mis en évidence par Kear et coll. (47) sur du MAR M200 monocristallin flué à 760°C.

Macroscopiquement ces phénomènes se traduisent sur les courbes de fluage par un fluage primaire relativement court où les dislocations parfaites glissent dans les couloirs de matrice. Quand l'orientation de l'éprouvette est proche de $\langle 001 \rangle$, le nombre de systèmes activés croît et rapidement l'interaction de ces derniers conduit à un durcissement du matériau. On observe alors

a



b

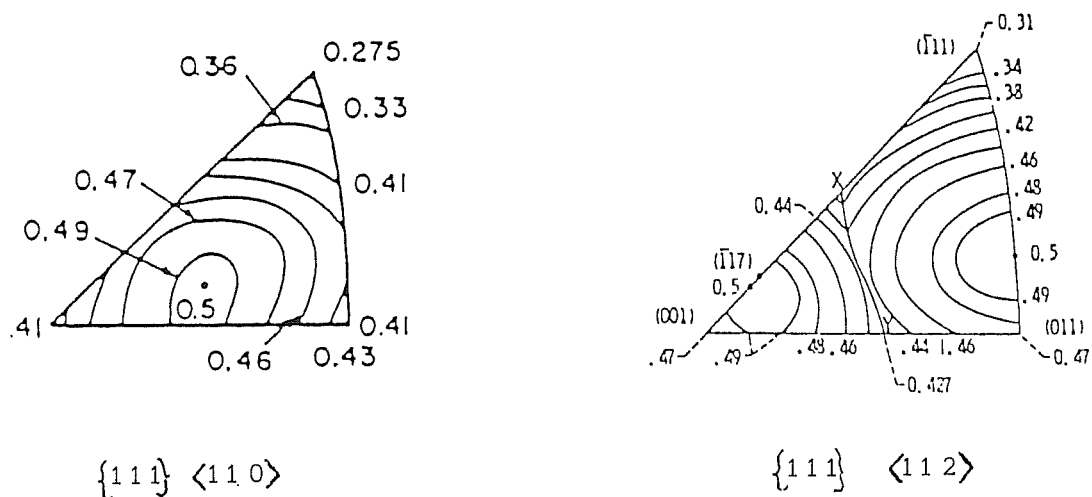


Figure III.26 : a) Orientations des éprouvettes d'AM1 et d'AM1 + B pour les essais de fluage à 760°C.

b) Isocontours du facteur de Schmid pour les systèmes de glissement de type $\{111\} \langle 110 \rangle$ et $\{111\} \langle 112 \rangle$.

sur la courbe, une diminution flagrante de la vitesse de fluage. Parallèlement, la densité de dislocations parfaites étant très importante aux interfaces γ/γ' , le cisaillement des précipités γ' devient possible et la vitesse de fluage augmente peu à peu jusqu'au moment où la déformation s'étend dans tout le volume du matériau avec cisaillement de la matrice γ et de la phase γ' .

Dans ce chapitre, nous allons donc caractériser en fluage à 760°C des éprouvettes d'AM1 référence et dopé au Bore. Sur la figure III.26 a les orientations de toutes les éprouvettes testées sont reportées dans un triangle standard ainsi que leurs données de fluage. Les isocontours du facteur de Schmid pour les glissements de type $\{111\} \langle 110 \rangle$ et $\{111\} \langle 112 \rangle$ sont tracés sur la figure III.26 b.

III.3.1. EFFET DU BORE LORS DU FLUAGE A 760°C SOUS 750 MPa POUR UNE ORIENTATION PROCHE DE $\langle 001 \rangle$

Les courbes de la figure III.27 permettent de caractériser l'effet du Bore car les éprouvettes possèdent d'une part, la même désorientation par rapport à $\langle 001 \rangle$ et d'autre part, cette désorientation reste faible (4°).

Nous remarquons que :

- le stade primaire de fluage est de type sigmoïdal,
- la déformation atteinte à la fin de ce stade est beaucoup plus élevée dans l'alliage au Bore,
- en présence de cet élément, la vitesse de déformation semble environ 50 fois plus faible durant le fluage secondaire ($\dot{\epsilon}_s = 10^{-6} \text{ h}^{-1}$, $\dot{\epsilon}_s = 5 \cdot 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ pour l'alliage de référence).

La micrographie de la figure III.28 représente l'état de déformation de l'alliage de référence flué pendant 72h jusqu'à 0,65% de déformation (courbe sur Fig. III.27). Les couloirs de matrice sont peuplés par des dislocations parfaites et de nombreux défauts se trouvent dans les précipités γ' principalement dans deux types de plans $\{111\}$. Le glissement $\{111\} \langle 112 \rangle$ a donc déjà pris place, ce qui n'est pas surprenant étant donné que les dislocations vont se propager à grande vitesse dans les couloirs de matrice dès l'application de la charge. Ainsi, une densité importante de dislocations permettant le cisaillement $\{111\} \langle 112 \rangle$ des précipités γ' est présente aux interfaces γ/γ' très rapidement.

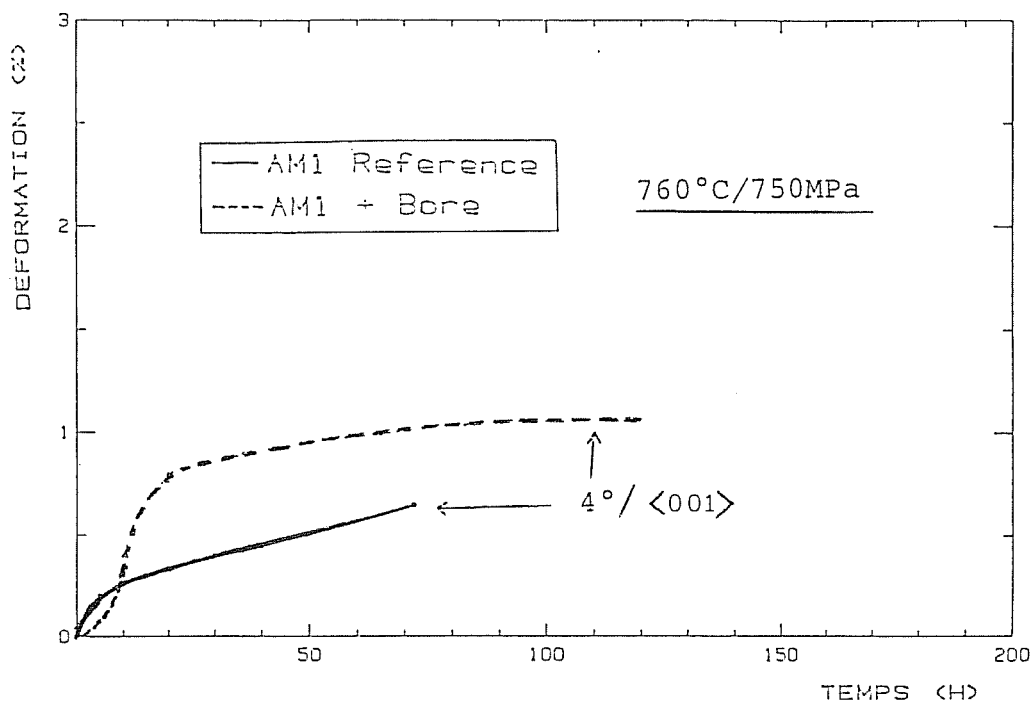


Figure III.27 : Courbes de fluage à 760°C sous 750 MPa des alliages AM1 et AM1 + B pour une orientation cristalllographique à 4° de l'axe <001>.

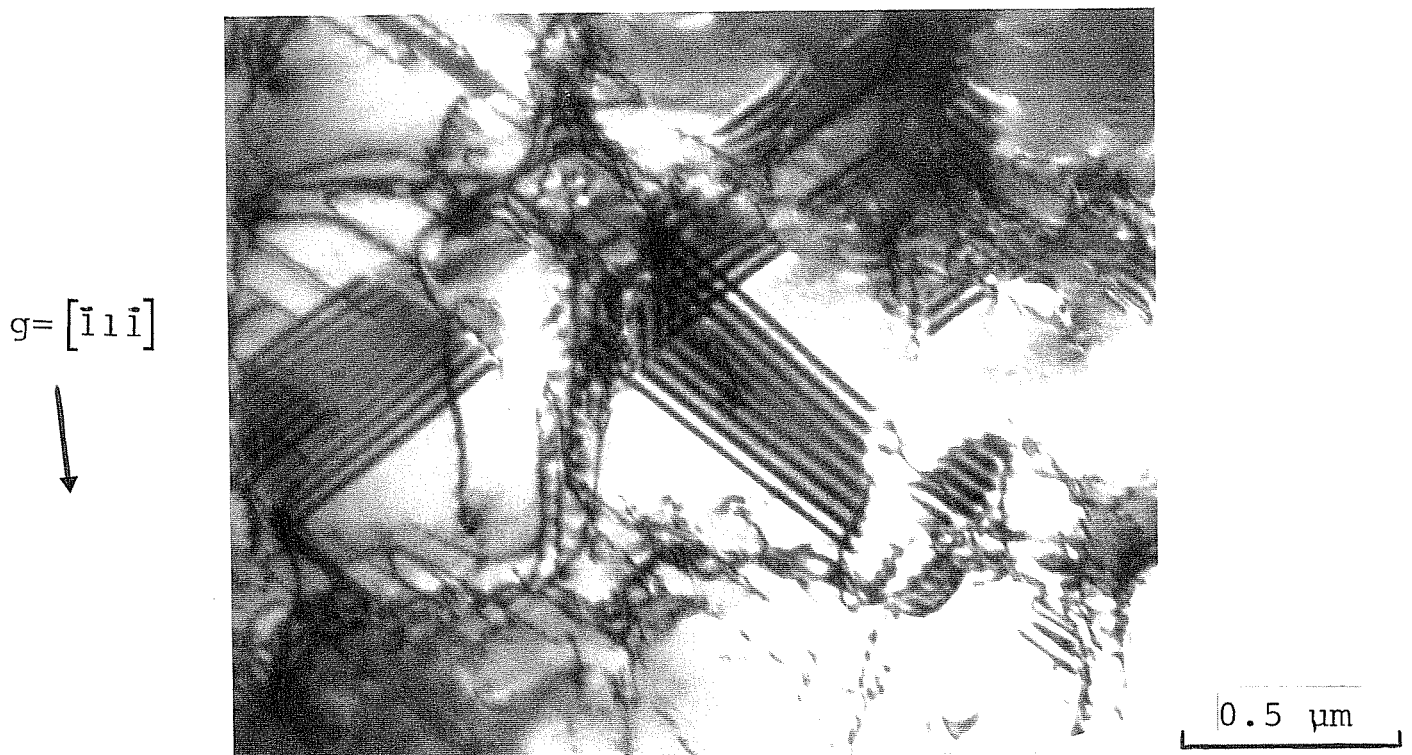
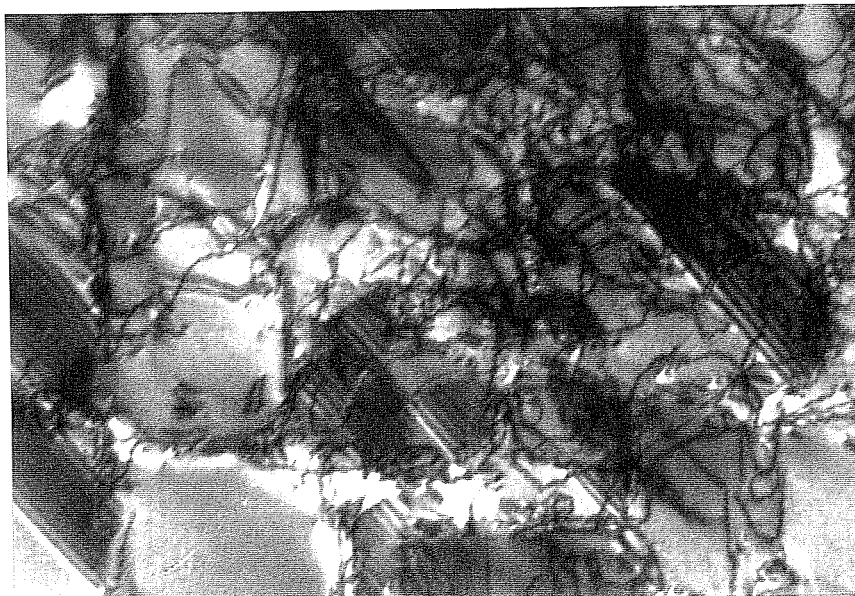


Figure III.28 : Défauts d'empilements dans les précipités γ' après fluage de l'AM1 à 760°C sous 750 MPa - $\epsilon_f = 0.65\%$ (72h).



$$\vec{g} = [1\bar{1}\bar{1}]$$



0.5 μm

Figure III.29 : Défauts d'empilements dans les précipités γ' après fluage de l'AM1 + B à 760°C sous 750 MPa - $\epsilon_f = 1.4\%$ (745h).

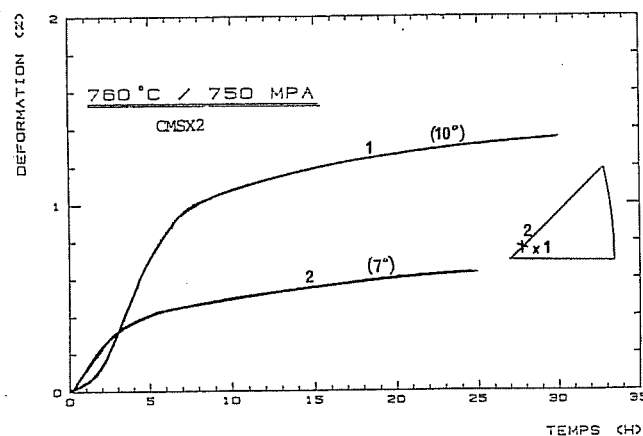


Figure III.30 : Effet de la désorientation cristallographique par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ sur le fluage à 760°C sous 750 MPa de monocristaux de CMSX2.

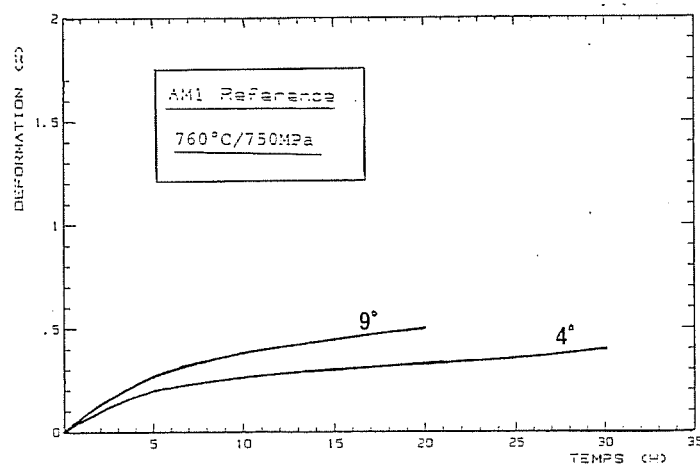


Figure III.31 : Effet de la désorientation par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ sur le fluage à 760°C sous 750 MPa de l'alliage AM1.

En présence de Bore, nous avons vu que les premiers instants de fluage sont différents. En effet, il existe une période d'incubation (Fig. III.27) au cours de laquelle la vitesse de fluage est très faible. Il existe donc peu de dislocations qui se propagent. Par contre, après une dizaine d'heures, la vitesse de déformation devient très importante mais diminue très vite jusqu'à la stabilisation durant le fluage secondaire. Il apparaît en quelque sorte un durcissement plus important dans l'alliage au Bore. La figure III.29 représente les structures de dislocations présentes dans l'alliage au Bore au cours du fluage secondaire. De très nombreuses dislocations parfaites se situent dans les interfaces γ/γ' (001) et dans les interfaces verticales. Des défauts d'empilements se sont créés dans les précipités γ' mais en densité pratiquement identique à celle de l'alliage de référence (Fig. III.28). Pourtant, la déformation de fluage est plus élevée (1,4%) dans l'alliage au Bore. Le glissement de type $\{111\} \langle 112 \rangle$ ne semble pas être favorisé par une addition de Bore. La déformation se propage lentement, et dans la matrice γ qui est probablement trop encombrée par les dislocations, et dans les précipités γ' . La vitesse de fluage dans ce cas est beaucoup plus faible que pour l'alliage de référence et nous verrons par la suite que cela reste vrai même sous 800 MPa.

III.3.2. INFLUENCE DE LA DESORIENTATION PAR RAPPORT A L'AXE $\langle 001 \rangle$

L'effet de la désorientation par rapport à une direction cristallographique de haute symétrie a été mise en évidence sur le CMSX-2 monocristallin en fluage à 760°C sous 750 MPa (48). Les comportements dépendent de la valeur de la désorientation par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$. En effet, sur la figure III.30, l'éprouvette à 10° de $\langle 001 \rangle$ privilégie le système de glissement pour lequel le facteur de Schmid est le plus élevé, en l'occurrence (111) $[\bar{1}01]$. Ce glissement conduit à une déformation hétérogène donc plus importante car le matériau ne bénéficie pas rapidement du durcissement dû à l'interaction de plusieurs systèmes de glissement.

L'étude sur l'AM1 référence à 760°C sous 750 MPa montre d'une part que cet alliage présente des caractéristiques mécaniques supérieures à celles du CMSX-2 et d'autre part qu'une désorientation de 9° par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ n'affecte pratiquement pas le comportement de cet alliage (Fig. III.31).

Par contre, il en va tout autrement pour l'alliage au Bore pour lequel, sous 750 MPa, la déformation atteint une valeur très élevée de 18% après 5h de fluage pour une désorientation de 6° seulement (Fig. III.32 a). De plus, la

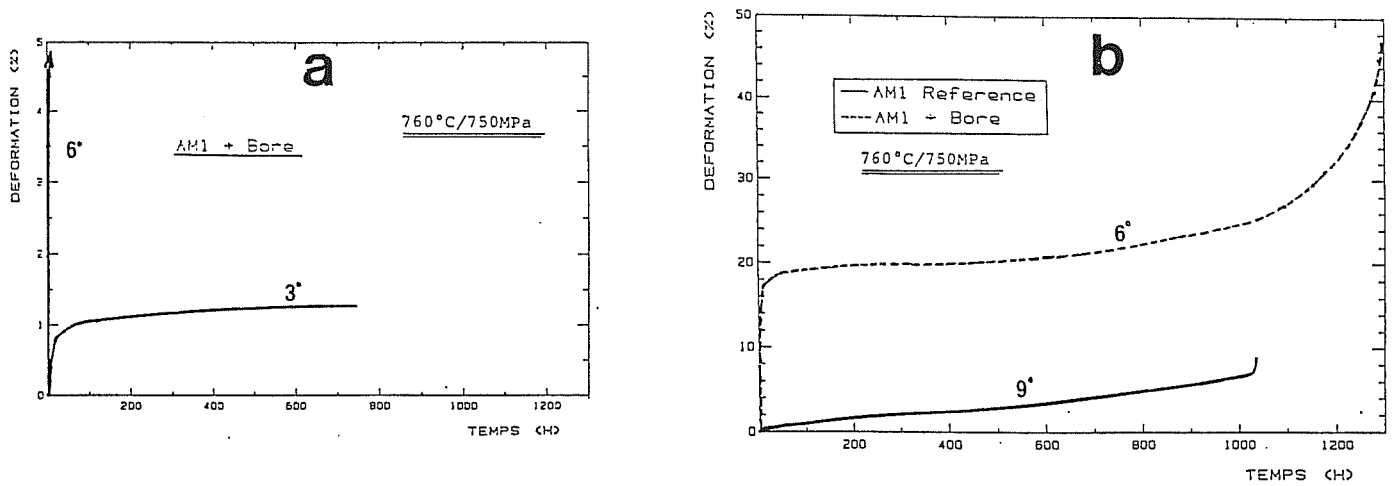


Figure III.32 : Effet de l'orientation cristallographique sur le fluage de l'AM1 + B à 760°C sous 750 MPa.

- a) écarts de 3° à 6° de l'axe <001>
- b) comparaison avec l'alliage AM1.

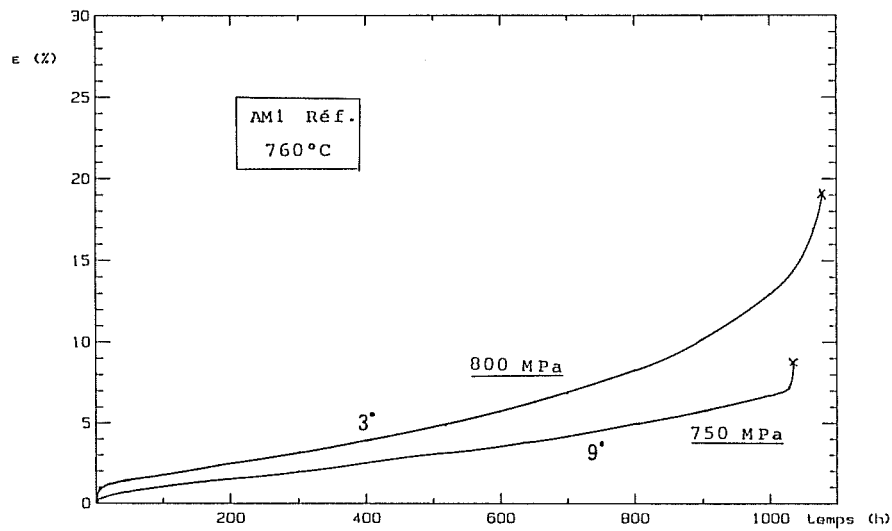


Figure III.33 : Effet de la contrainte sur le comportement en fluage à 760°C de l'AM1.

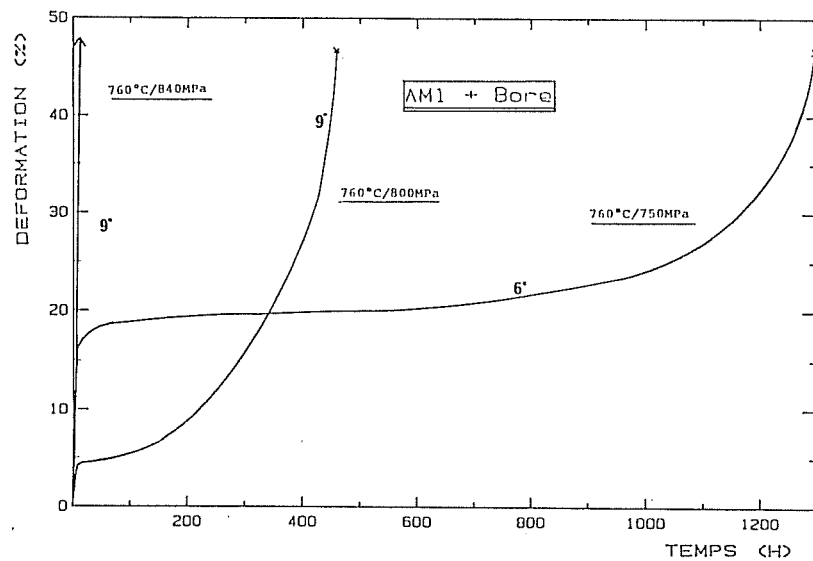


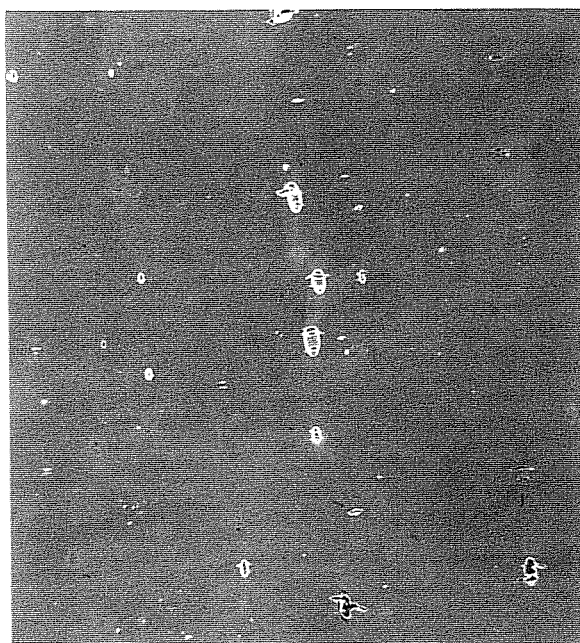
Figure III.34 : Effet de la contrainte sur le fluage de l'AM1 + B à 760°C.

a

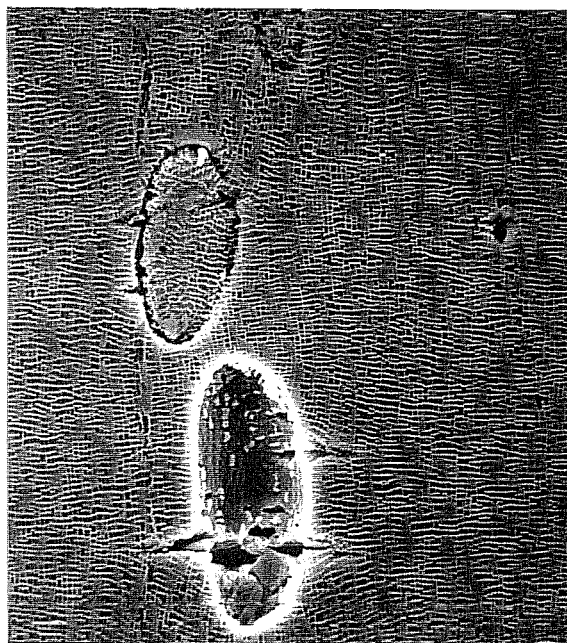


500 μm

b



500 μm



5 μm

Figure III.35 : Endommagement de l'alliage AM1 + B après fluage rupture à 760°C.

- a) fût de l'éprouvette
- b) coupe longitudinale

figure III.32 b fait bien ressortir l'effet du Bore dans ces phénomènes car malgré une désorientation plus élevée pour l'AM1 référence, la déformation primaire reste beaucoup plus petite.

Néanmoins, deux remarques émanent de ces courbes :

- la vitesse de fluage secondaire est beaucoup plus faible en présence du bore,
- la durée de vie de cet alliage est supérieure.

Le Bore accélère donc la propagation de la déformation primaire mais diminue la vitesse de fluage secondaire.

III.3.3. EFFET DE LA CONTRAINTE SUR LE FLUAGE DE L'AM1 ET L'AM1 + B A 760°C

Sur l'alliage de référence, les courbes de fluage ne sont pas très différentes sous 750 MPa et 800 MPa (Fig. III.33).

Par contre, lorsque la contrainte appliquée varie de 750 MPa à 840 MPa, la durée de vie de l'alliage au Bore passe respectivement d'une valeur de 1300h à 1h (Fig. III.34). Dans ce dernier cas, comme de plus l'orientation de l'éprouvette se trouvait à 9° de $\langle 001 \rangle$, l'effet de contrainte s'ajoute à celui de la désorientation et provoque ce comportement catastrophique. Le temps à rupture sous 800 MPa est de 460h alors qu'il chute à 1h seulement sous 840 MPa, les désorientations étant identiques (9°). Seul l'effet de contrainte se manifeste ici.

D'après les résultats qui précèdent, la déformation primaire devrait être plus importante pour l'éprouvette fluée sous 800 MPa par rapport à celle testée sous 750 MPa, cette dernière ayant de plus une désorientation moindre par rapport à $\langle 001 \rangle$.

Enfin, la figure III.35 montre l'endommagement très important d'une éprouvette d'alliage au Bore fluée jusqu'à rupture. Sur le fût débouchent de nombreuses fissures s'amorçant sur des eutectiques ternaires qui s'alignent dans les espaces interdendritiques. Malgré ces points faibles, l'alliage au Bore présente des caractéristiques mécaniques appréciables par rapport à l'alliage de référence où la phase γ' a subi une remise en solution complète. Mais il ne faut pas trop s'écarter de l'orientation parfaite en $\langle 001 \rangle$ ou travailler sous des contraintes trop élevées car l'accumulation de déformation dans les premiers instants du fluage conduit à la rupture en quelques heures.

III.4. INTERPRETATION DU ROLE DU BORE DURANT LE FLUAGE DE L'AM1 A 1050°C ET 760°C

Les résultats obtenus tout au long de ce chapitre montrent que le Bore, pourtant en faible quantité dans l'alliage (185 ppm), modifie néanmoins le comportement de l'AM1 en fluage, surtout durant le premier stade.

En fait, ce phénomène intervient probablement à cause de la ségrégation des atomes de Bore sur les dislocations, cet élément se trouvant à l'origine en solution solide. Cet élément ayant un rayon atomique inférieur à ceux des éléments de la matrice, il va diffuser dans la zone en compression de la dislocation.

Cottrell (49, 50, 51) a proposé une interprétation du phénomène d'interaction dynamique entre les nuages d'impuretés et le champ de déformation associé aux dislocations. Dans son modèle, il estime la vitesse de déplacement moyenne V des atomes diffusant en présence d'une force d'origine mécanique par :

$$V = \frac{D}{kT} F \quad (\text{III.1})$$

où D = coefficient de diffusion en volume

T = température

D/kT est la mobilité de l'atome

F correspond à la force d'interaction entre la dislocation et l'impureté

Par cette équation, il suppose donc que les dislocations sous l'effet de la contrainte peuvent se déplacer en entraînant avec elles les nuages d'impuretés qui sont créés autour d'elles.

Yoshinaga et Morozumi (52) par des simulations ont tenté de reconstituer la formation d'une atmosphère autour d'une dislocation coin dans le cas d'une interaction hydrostatique soluté-dislocation. La figure III.36 représente la force de trainage en fonction de la vitesse de la dislocation dans le cas du carbone (0,1 at.%) dans le vanadium. Nous allons vérifier que dans notre étude, durant le fluage primaire, nous nous situons effectivement en régime de trainage. La vitesse v de la dislocation est au plus égale à 10^3Å.s^{-1} (Fig. III.36) car la première portion de la courbe jusqu'au maximum correspond au domaine du trainage, c'est à dire que le soluté freine la dislocation.

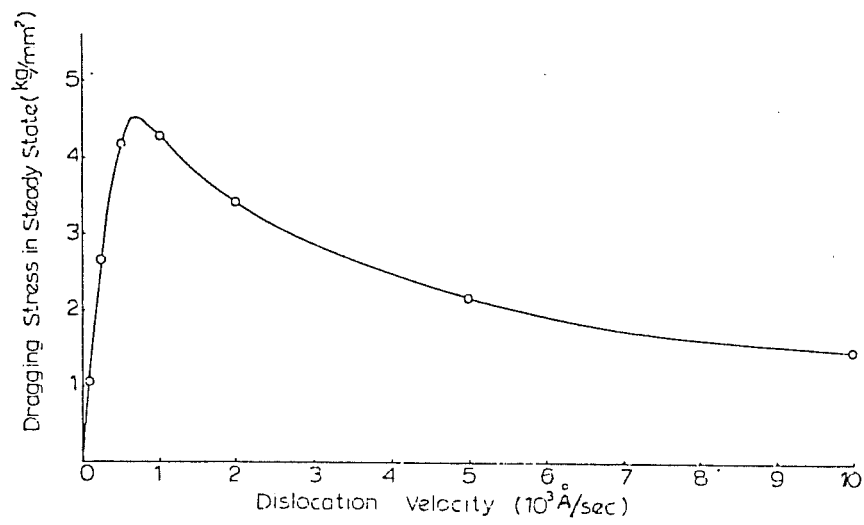


Figure III.36 : Evolution de la force de trainage en fonction de la vitesse de la dislocation (52).

D'après l'équation d'Orowan, on peut calculer V :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m b V \quad (\text{III.2})$$

où ρ_m est la densité de dislocations mobiles

b est le vecteur de Burgers des dislocations

$\dot{\epsilon}$ est la vitesse de fluage

De l'équation (III.2), il vient :
$$V = \frac{3 \cdot 10^{-4} \text{ h}^{-1}}{2 \cdot \text{\AA} \cdot 10^{11} \text{ m}^{-2}} \simeq 40 \text{ \AA} \cdot \text{s}^{-1}$$

$\rho = 10^{11} \text{ m}^{-2}$ est la densité initiale de dislocations dans le matériau avant fluage. Donc, on maximise la vitesse de déplacement des dislocations en utilisant cette densité.

Malgré cela, cette valeur est nettement inférieure à la vitesse critique de décrochement de l'atmosphère par la dislocation de l'ordre de $10^3 \text{ \AA} \cdot \text{s}^{-1}$.

Les dislocations, dans ce domaine, voient donc leur déplacement altéré par la présence du Bore qui diffuse vers elles en formant des microprécipités.

Il a été souvent prouvé que la nucléation d'une "phase" prend place de façon hétérogène sur des défauts présents dans un cristal à cause de la possibilité de diminuer leur énergie libre. Thomas et Whelan (53) ont observé sous certaines conditions que la nucléation se déroulait préférentiellement sur des dislocations coins. Cahn (54) dès 1957 a effectué un traitement théorique de la nucléation sur les dislocations avec comme hypothèse que l'énergie élastique de la dislocation dans le volume du "précipité" diminuait. Il n'a pas tenu compte de l'énergie de coeur de la dislocation. Plus tard, d'autres auteurs (55) ont étendu cette théorie à la formation de précipités cohérents. Enfin, Aaranson et coll. (56) ont expliqué que la formation d'atmosphères de Cottrell est une conséquence de la tendance à équilibrer le potentiel chimique des atomes de soluté présents dans le matériau.

Les microprécipités observés représentent en fait l'étape de création d'atmosphères de Cottrell comme dans le cas de l'UDIMET-700 (40) qui suit la phase initiale de ségrégation des atomes de Bore autour des dislocations.

Cette diffusion d'atomes est possible à cause des vitesses de déformation très faibles en fluage et des longs maintiens à haute température.

Que se passe-t-il lorsque le Bore diffuse sur les dislocations au cours du fluage à 1050°C ?

- 1) leur vitesse de déplacement est diminuée,
- 2) les champs de contraintes élastiques se relâchent.

Le Bore en s'épinglant sur les dislocations affecte leur vitesse de glissement. Dans le stade primaire, la vitesse de déformation est régie par la vitesse de création de dislocations $\dot{\rho}_m$.

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\rho}_m \cdot b \cdot \bar{\lambda} \quad (\text{III.3})$$

où $\bar{\lambda}$ est le libre parcours moyen des dislocations vis.

Dans l'alliage au Bore, la densité de dislocations est deux fois plus importante, ce qui provoque un accroissement de la vitesse de déformation. La déformation produite augmente donc elle aussi d'un facteur deux (0,1% pour l'alliage de référence - 0,18% pour l'AM1 + B).

$$\varepsilon = \rho_m \cdot b \cdot \bar{\lambda} \quad (\text{III.4})$$

Au cours de ce stade, la densité de dislocations mobiles est égale à la densité totale de dislocations dans l'alliage. Elles proviennent des sous-joints qui sont d'ailleurs plus nombreux dans l'AM1 + B (§ II.4.2).

Le relâchement des champs de contraintes élastiques des dislocations et des contraintes de cohérence des précipités γ' implique une diminution des interactions dislocation-précipité. Par ailleurs, nous avons remarqué que le glissement dévié répété était beaucoup moins fréquent dans l'alliage au Bore. Ce phénomène est donc favorisé par les précipités γ' qui génèrent, par leur présence, des forces d'attraction sur les dislocations.

Un autre phénomène marquant concerne la présence, dans les interfaces parallèles à l'axe de la contrainte, de nombreuses dislocations qui peuvent s'insérer plus facilement dans les espaces plus étroits à cause de la réduction de leur tension de ligne. Cette dernière entraîne en effet une diminution de la contrainte d'Orowan qui permet alors le cisaillement de couloirs plus fins.

$$\tau_{\text{Orowan}} \propto \frac{\mu b}{L} \quad (\text{III.5})$$

C'est d'ailleurs la raison pour laquelle l'épaisseur de γ le long de l'axe de la contrainte est moins importante car les dislocations de fluage encombrant à la fois les couloirs verticaux et horizontaux.

Notons enfin que les dislocations doivent probablement gêner l'accrolement des faces (100) et (010) des précipités, ce qui expliquerait le retard à l'apparition des plaquettes ainsi que l'évolution plus lente de $N_c(\gamma)$.

Au cours du fluage secondaire à 1050°C, des réseaux statiques prennent place dans les interfaces γ/γ' pour l'AM1 référence et la vitesse de déformation étant dans ce stade contrôlée par la vitesse de montée de ces réseaux, elle reste évidemment très faible. Dans l'alliage au Bore, ce dernier n'affecte pas la vitesse des dislocations car elle n'est pas importante mais comme les interactions dislocation-dislocation sont diminuées, les réseaux statiques apparaissent plus tard. Il subsiste donc dans l'alliage une densité importante de dislocations mobiles (par glissement et par montée) qui conduit à une vitesse de fluage secondaire plus élevée. Néanmoins, à partir du moment où la morphologie de coalescence est parfaitement établie et que les réseaux statiques tapissent les interfaces, l'alliage se comporte jusqu'à la rupture de manière analogue à celle de l'AM1 référence.

A 760°C, la multiplication intensive des dislocations, due à la présence du Bore mais aussi aux contraintes appliquées très élevées, conduit à une déformation primaire très élevée après déblocage sur les atomes de Bore.

Cependant, de par la diminution de l'énergie d'interaction entre dislocations, la formation de dislocations partielles de type $\langle 112 \rangle$ est retardée et le cisaillement des précipités γ' s'effectue un peu plus tard. La densité de dislocations très importante autour des précipités γ' crée un enchevêtrement où les interactions entre dislocations vont s'effectuer très difficilement d'autant plus qu'elles sont amoindries. C'est pourquoi la vitesse de déformation est plus faible dans l'alliage au Bore malgré la déformation importante subie au préalable.

lorsque le taux est trop important, c'est à dire que la matrice γ va être cisailée de manière intempestive, le matériau ne pourra plus supporter un tel état de déformation surtout si le glissement $\{111\} \langle 112 \rangle$ tarde à opérer. Il faut donc éviter un écart à l'orientation cristallographique parfaite $\langle 001 \rangle$ ou bien des surcharges car le matériau se déforme dans de fortes proportions dès le début de l'essai et la rupture interviendra promptement.

Cette étude permet de mettre en évidence un deuxième pôle d'intérêt relatif à l'importance de la morphologie de coalescence sur le comportement macroscopique en fluage. En effet, nous avons vu que t_0 , c'est à dire le temps de fluage pour lequel $N_c(\gamma)$ est nul était directement lié à la durée de vie et à la ductilité. Mais il faut aussi remarquer qu'il existe une corrélation entre t_0 et la vitesse de fluage tertiaire. Ce résultat va à l'encontre des études de Dyson et Mc Lean (57, 58) pour lesquels la coalescence n'est pas reliée au fluage tertiaire.

Dans notre étude, l'accroissement de la vitesse de fluage dans ce stade ne dépend pas de la déformation plastique subie au préalable mais plutôt de la morphologie des plaquettes. En effet, on constate que la vitesse de fluage tertiaire est d'autant plus grande que la déformation est faible, avant le stade tertiaire (Fig. III.4 et Fig. III.12). Par contre, dans le cas où $\dot{\epsilon}_t$ est élevée (AM1 référence) t_0 est très petit à l'inverse de l'alliage dopé au Mg pour lequel t_0 grand implique $\dot{\epsilon}_t$ faible.

Une structure coalescée dont la nature de la phase enveloppante change précocement au cours du fluage est finalement moins résistante mais possède une ductilité plus importante.

III.5. CONCLUSION

Finalement, l'introduction du Bore dans l'AM1 a permis de mettre clairement en évidence les phénomènes qui régissent certains mécanismes opérant au cours du fluage.

Ainsi, pendant le stade primaire, la vitesse de création de dislocations régit la vitesse de déformation. Ces dislocations sont émises par les sous-joints et se propagent dans la matrice par glissement dévié répété. Ce phénomène est contrôlé par les interactions précipité-dislocation. Les contraintes de cohérence dues au misfit suffisent à attirer les dislocations et permettent ainsi à ces dernières de glisser dans un espace bien défini, à savoir les couloirs de matrice horizontaux.

La déformation se confirme donc essentiellement dans ces couloirs et explique l'épaississement dans le sens de la contrainte de cette phase. Parallèlement, la morphologie de coalescence qui s'établit limite les phénomènes de montée d'autant plus que durant le stade secondaire, les dislocations se réarrangent pour former des réseaux statiques et la vitesse de fluage est très faible.

La phase γ' qui, pendant une grande partie de l'essai n'est pas cisailée, ne confère pas à l'alliage une résistance au fluage à cause de ses particularités intrinsèques. Elle a cependant un rôle prépondérant dans le sens où de par sa présence et sa coalescence, elle limite géométriquement les phénomènes de montée et permet l'existence de réseaux statiques en attirant les dislocations pouvant interagir entre elles à ses interfaces.

De même, le paramètre t_0 a permis de montrer l'importance de la morphologie de coalescence sur l'apparition du stade tertiaire.

CHAPITRE IV

TENSION ET COMPRESSION 001 EN

FLUAGE A 1050°C DE SUPERALLIAGES

BASE NICKEL MONOCRISTALLINS

I.V. TENSION ET COMPRESSION [001] EN FLUAGE A 1050 °C DE SUPERALLIAGES BASE NICKEL MONOCRISTALLINS

IV.1. INTRODUCTION

Sur des monocristaux d'UDIMET 700 d'orientation [001], Tien et Copley (59), (60) ont observé après vieillissement sous une contrainte de tension la formation de plaquettes perpendiculaires à l'axe de sollicitation (coalescence de type N) alors que des tiges irrégulières parallèles à l'axe apparaissent lors d'un essai de compression. Ces auteurs proposent un processus de coalescence basé sur un modèle purement élastique. Plus tard, une autre équipe (61) en observant des réseaux de dislocations aux interfaces précipités-matrice reconnaissent une certaine importance aux déformations de fluage dans les mécanismes de coalescence sous contrainte.

L'écart observé jusqu'à environ 750°C entre les valeurs de la contrainte d'écoulement (Fig. IV.1) propres à des morphologies différentes a été attribué aux réseaux de dislocations peuplant les interfaces γ/γ' propres à chaque structure qui durcissent plus ou moins l'alliage. La limite d'élasticité dépend donc aussi de la morphologie des précipités mais seulement dans ce domaine de température car au delà de 750°C, elle chute brusquement et de manière identique dans tous les cas.

On observe toutefois un léger durcissement qui subsiste pour la structure en plaquettes parallèles à l'axe de la contrainte obtenue après vieillissement sous une contrainte de compression.

Pineau (62), toujours dans un modèle élastique mais plus élaboré, propose deux paramètres qui déterminent les domaines de stabilité de trois formes simples de particules (sphères, tiges et plaquettes) : le rapport $\frac{E_p}{E_m}$ où E_p est le module d'Young de la phase précipitée et E_m celui de la matrice, ainsi que le signe et la valeur de l'expression $\sigma_a/E_m\delta$. Le signe du misfit δ ainsi que le sens de la contrainte appliquée σ_a ont donc une importance capitale. D'ailleurs A. Fredholm (6) grâce à des déterminations précises de δ sur de nombreux alliages a validé ce modèle et la prédiction des morphologies s'est avérée correcte. Il a supposé que $E_{\gamma'}$ est supérieur à E_{γ} c'est à dire que la

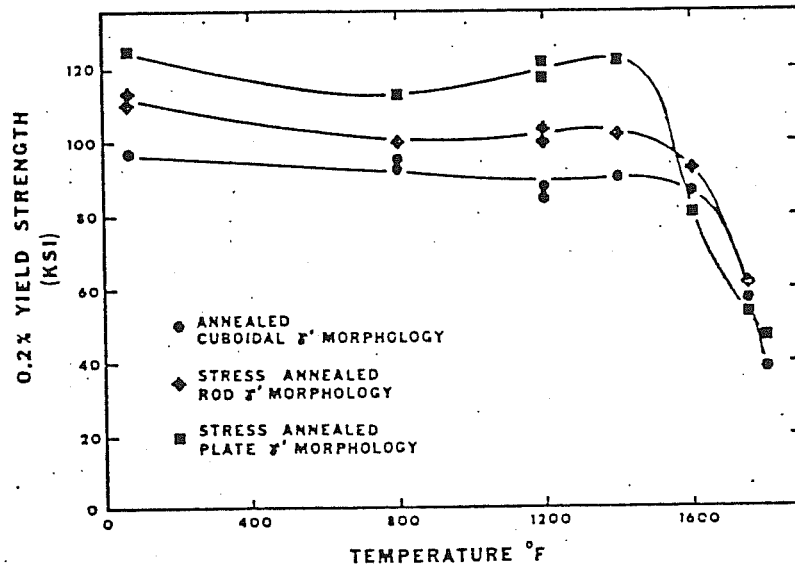


Figure IV.1 : Variation de la contrainte d'écoulement en fonction de la température pour différentes morphologies des précipités γ' (61)

- précipités cuboïdaux
- ◆ maintien sous une contrainte de compression à 950°C pendant 100 h
- maintien sous une contrainte de tension à 950°C pendant 100 h.

Alliage	Ecart paramétrique à la T° de fluage ($\times 10^3$)	T° de l'essai	Mode de coalescence
U-700	$-4,4 < \delta < -3,4$	954°C	N
AM1	- 3,5	1050°C	N
CMSX-2	- 3,0	1050°C	N
NASAIR 100	- 4,5	1000°C	N
Ni - 25 at.% Al	$+2 < \delta < +5,6$	750°C	P
01	$+3,7 < \delta < +10$	850°C	P

TABEAU IV.1. Relation entre le mode de coalescence sous contrainte en tension et la valeur du misfit à la température de l'essai.

phase γ' est plus raide que la matrice γ . Ainsi, un alliage $\langle 001 \rangle$ qui présente un misfit négatif à 1050°C va développer sous une contrainte de compression des plaquettes parallèles à l'axe de sollicitation. C'est le cas pour l'UDIMET 700 (59-61), l'alliage NASAIR 100 (63) ainsi que pour les alliages de cette étude, l'AM1 et le CMSX-2. Le tableau IV.1 résume les morphologies observées expérimentalement lors d'essais de fluage tension et compression.

Il faut remarquer que pour le binaire Ni-25 at.% Al (64) ainsi que pour l'alliage 01 (65), on observe une coalescence de type P, ce qui est en accord avec les prévisions, étant donné le signe positif de l'écart paramétrique (6).

IV.2. ETUDE DU FLUAGE COMPRESSION SUR L'AM1 ET LE CMSX-2 $\langle 001 \rangle$ A 1050°C

IV.2.1. COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE

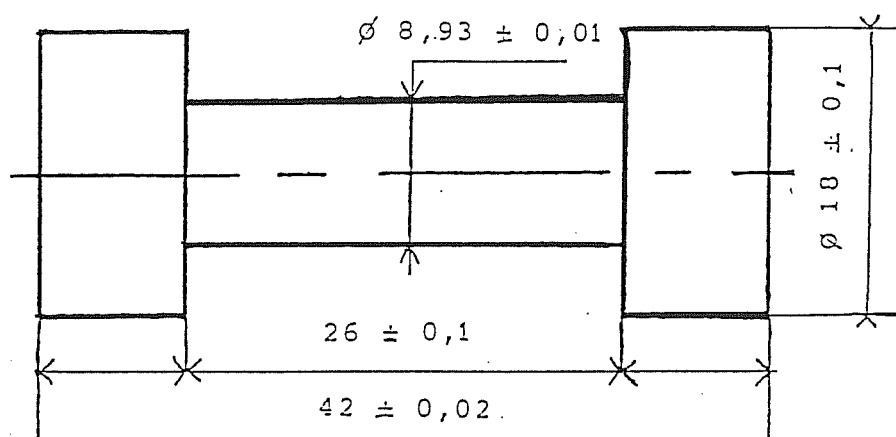
Lors d'un cycle de fonctionnement du moteur, il existe des phases au cours desquelles les matériaux sont soumis à des contraintes de compression notamment pendant la période d'accélération et de montée en température.

On caractérise en fluage tension les matériaux constituant les aubes de turbine car celles-ci sont effectivement soumises en régime permanent à une force centrifuge pendant la majorité de leur durée de vie. Cependant, lors des phases de montée en régime du moteur, des contraintes de compression sont engendrées. Il semblait indispensable d'étudier leurs conséquences sur le comportement de l'alliage.

Cette étude trouve également son origine dans le raisonnement suivant : au cours de la durée de vie en fluage tension, une coalescence des phases sous forme de plaquettes normales à l'axe de sollicitation apparaît avec une certaine cinétique puis se dégrade rapidement pendant le fluage tertiaire. Pourrait-on augmenter la durée de vie du matériau par un fluage préalable en compression qui provoquerait une coalescence inverse des phases et retarderait ainsi la ruine finale du matériau ?

Différents essais de fluage ont été menés sur de l'AM1 ou du CMSX-2 à 1050°C : des essais de compression effectués pendant une durée d'une cinquantaine d'heures ainsi que des essais de fluage tension à rupture sur matériau standard, c'est à dire présentant la microstructure de précipités γ' cuboïdes classique. Ces essais servent donc de référence à ceux menés dans les mêmes

a



b

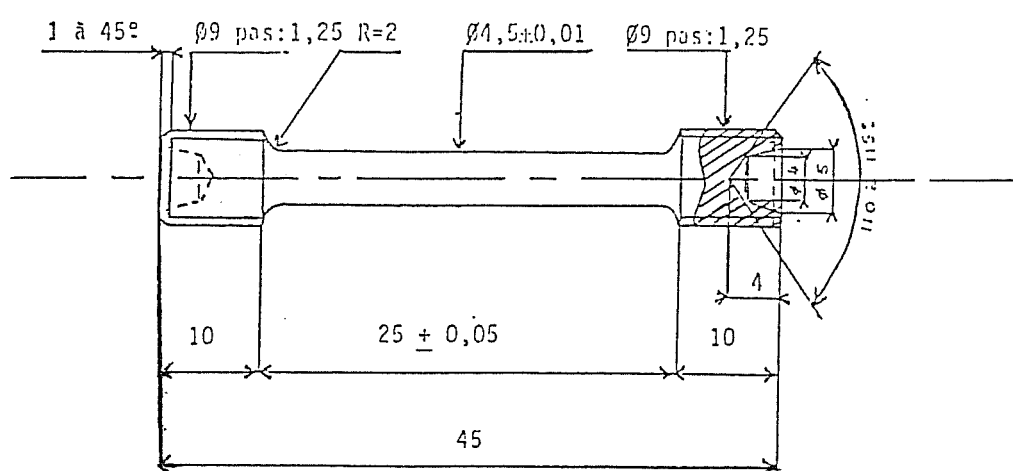


Figure IV.2 : Schémas des éprouvettes :

- a) de fluage compression
- b) de fluage tension prélevée de l'éprouvette prédéformée en compression.

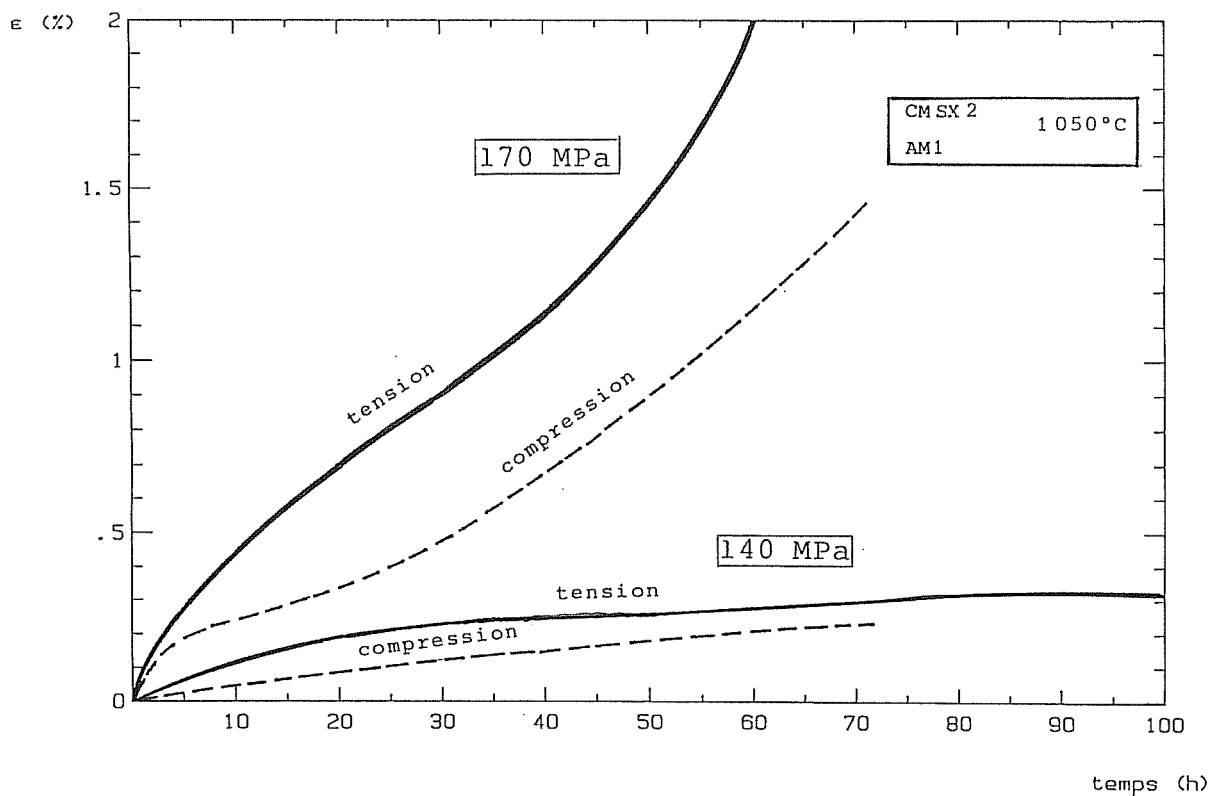


Figure IV.3 : Courbes de fluage tension et compression à 1050°C sous 140 MPa et 170 MPa.

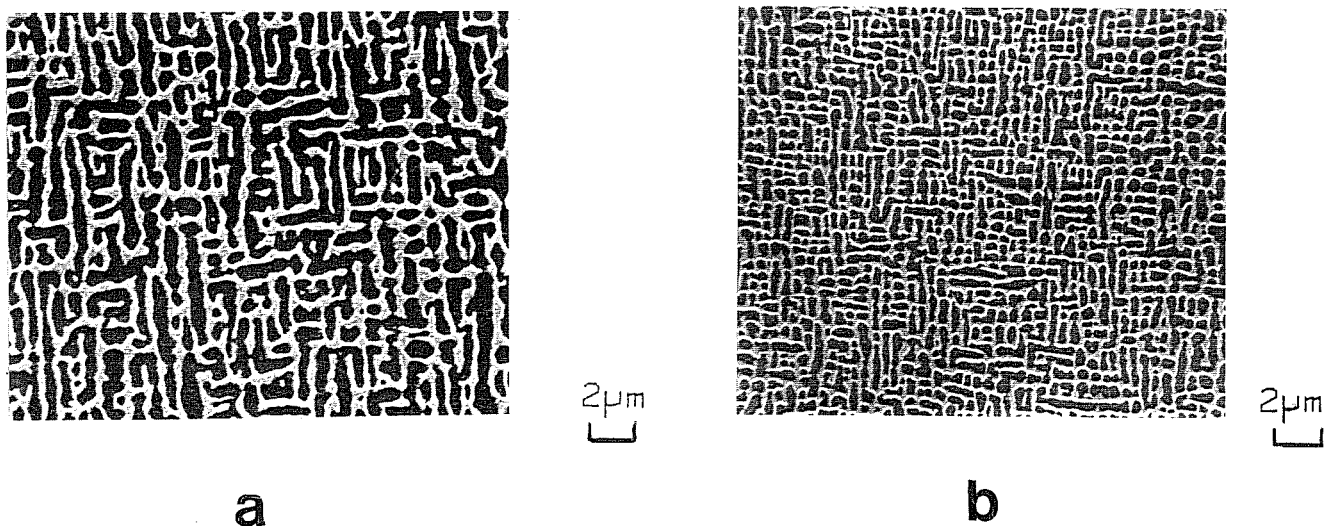


Figure IV.4 : Coupes transversales d'éprouvettes fluées en compression à 1050°C :

- a) sur l'alliage CMSX2 sous 170 MPa : $\epsilon_c = 1.46\%$ (70h)
- b) sur l'alliage AMM1 sous 140 MPa : $\epsilon_c = 0.23\%$ (71h).

conditions sur des éprouvettes usinées dans des échantillons déformés au préalable en compression. Les schémas des différentes éprouvettes sont représentés sur la figure IV.2 et ces essais ont tous été réalisés au laboratoire SNECMA-YKO.

Les courbes de la figure IV.3 témoignent de la différence de comportement en début de l'essai entre le fluage compression et le fluage tension à 1050°C sous 140 MPa et 170 MPa. En effet, la déformation primaire est toujours plus élevée pour l'essai de fluage tension classique que pour l'essai de compression, l'écart étant d'autant plus important que la contrainte appliquée est forte. De même, nous avons remarqué que la déformation de mise en charge est moindre en fluage compression.

IV.2.2. MORPHOLOGIES DE COALESCENCE APRES FLUAGE COMPRESSION

Les micrographies de la figure IV.4 représentent sur coupes transversales $\langle 001 \rangle$ une coalescence avec deux familles de plaquettes parallèles à l'axe de la contrainte et orthogonales entre elles. L'effet de la contrainte se fait sentir car au bout d'une durée identique de fluage (70h), la déformation associée est nettement plus importante. On peut donc vérifier l'importance de la déformation de fluage sur la cinétique de mise en radeaux car, à temps de fluage égal, les morphologies en plaquettes perpendiculaires entre elles le long de l'axe $\langle 001 \rangle$ semblent beaucoup moins marquées pour une faible déformation (0,23%) sous 140 MPa. Un autre effet de la déformation apparaît dans les épaisseurs des plaquettes de la matrice γ et de la phase γ' beaucoup plus élevées (Fig. IV.4 a).

Rappelons que sous la même contrainte (140 MPa) mais en fluage tension, le matériau AM1 se présente, bien avant 70h, sous forme de plaquettes normales à l'axe $\langle 001 \rangle$.

La mise en radeaux s'effectue donc plus lentement lors d'un essai de compression. En effet, dans ce cas, deux directions de coalescence existent d'où globalement, diminution de la vitesse d'épaississement.

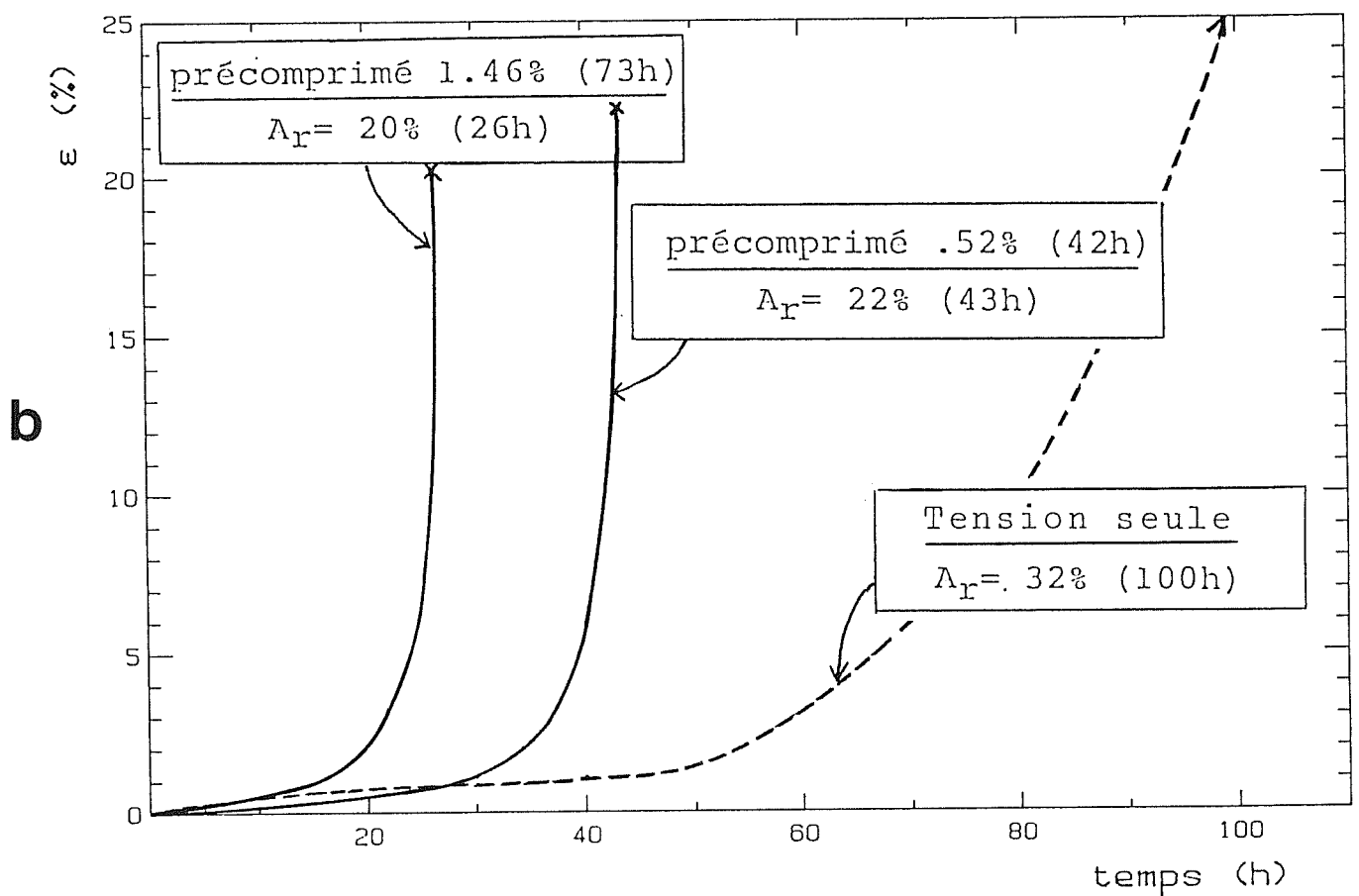
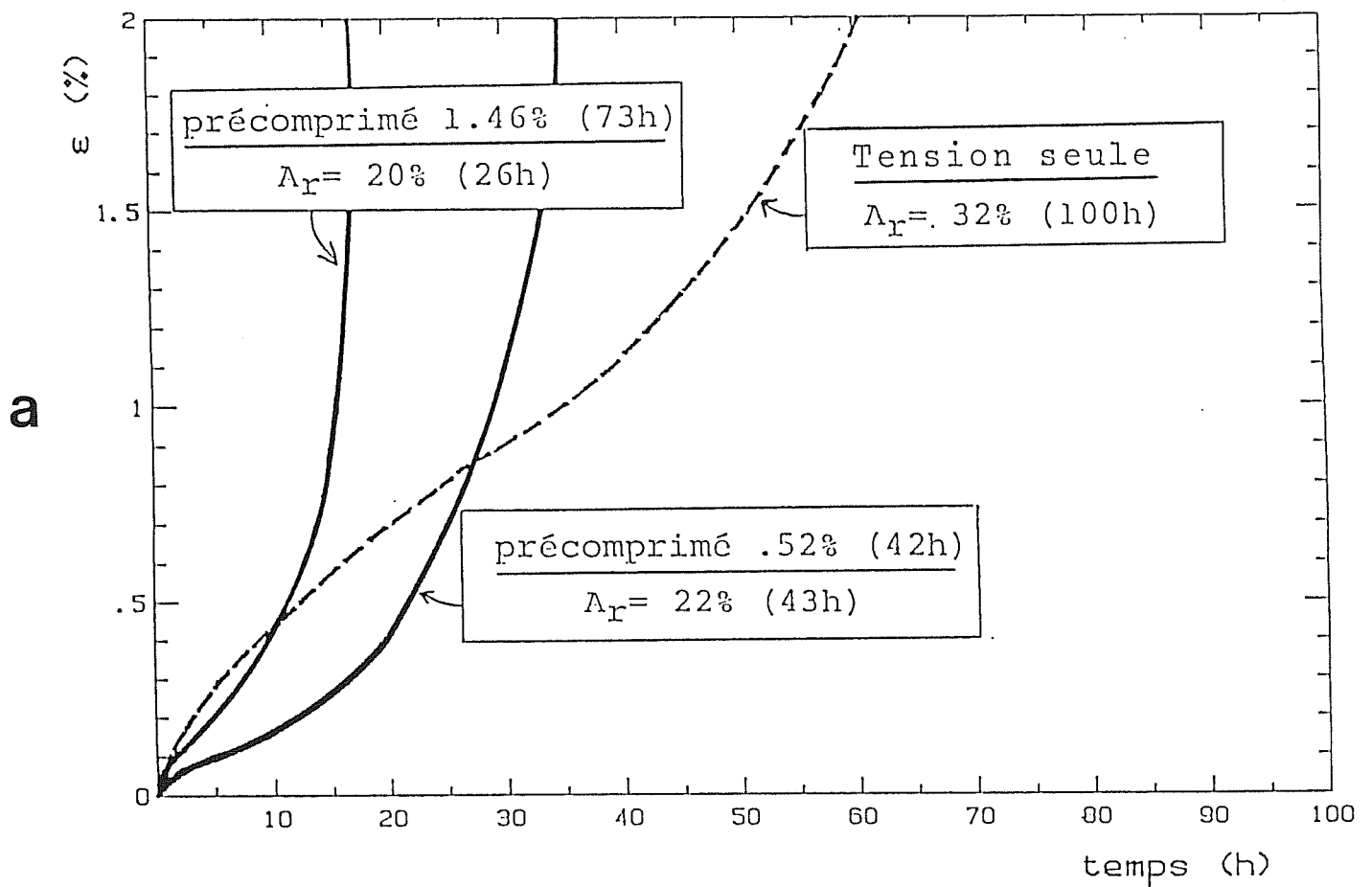


Figure IV.5 : Effet d'une prédéformation en compression sur le comportement en fluage tension à 1050°C sous 170 MPa.

- a) au début du fluage
- b) comportement global.

Alliage	ϵ_c %	t_c (h)	t_R^T (h)	A_R %	t_R^B (h)	A_R^B %
CMSX-2	0,23	8	82	23	100	32, 37%
	0,46	41	49	24		
	0,55	40	49	21		
	1,04	71	33	18,5		
	1,57	96	32	20		
	1,68	44	40	20,2		
	3,62	151	25	33		
	3,66	114	20	24		
AM1	0,52	41	43	22,2	85	/
	1,46	73	26	20,2		

ϵ_c : déformation de fluage en compression

t_c : durée de fluage compression

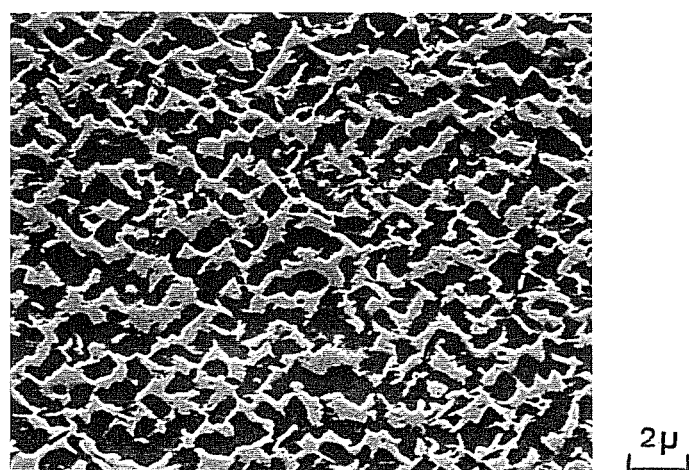
t_R^T : temps à rupture en fluage tension après prédéformation en compression

A_R : allongement à rupture en fluage tension après pré-déformation en compression

t_R^B : temps à rupture pour un essai de fluage tension classique

A_R^B : allongement à rupture pour un essai de fluage tension classique

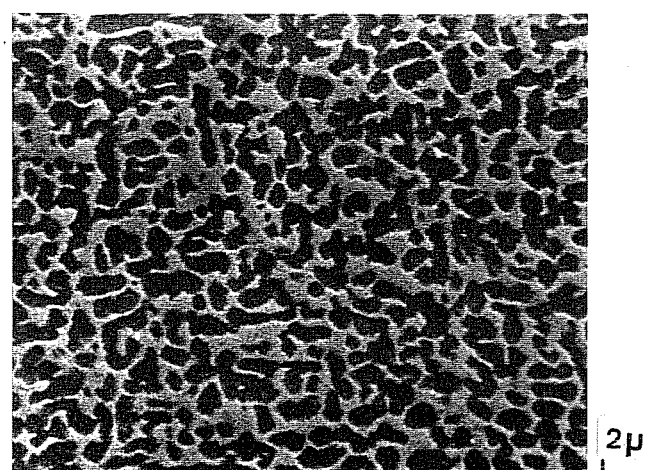
Tableau IV.2 : Données relatives aux essais de fluage effectués à 1050°C sous 170 MPa.



Coupe longitudinale $\langle 100 \rangle$

$\epsilon_c = 0.52\%$ (42h)

$A_R = 22\%$ (43h)



Coupe transversale $\langle 001 \rangle$

$\epsilon_c = 1.46\%$ (73h)

$A_R = 20\%$ (26h)

$\langle 100 \rangle$ →

Figure IV.6 : Eprouvettes d'AM1 [001] prédéformées en compression puis fluées en tension sous 170 MPa. Effet du taux de déformation préalable sur les structures de coalescence.

IV.3. EFFET D'UNE PREDEFORMATION EN COMPRESSION SUR LE COMPORTEMENT EN FLUAGE TENSION

IV.3.1. COURBES DE FLUAGE

De nombreux résultats de fluage tension à 1050°C sous 170 MPa ont été obtenus sur des éprouvettes prédéformées en compression (66) et sont récapitulés dans le tableau IV.2.

Aucun effet bénéfique d'une prédéformation en compression n'a été constaté sur la durée de vie en fluage tension à 1050°C sous 170 MPa (66). Une perte de 80% peut être atteinte pour des déformations initiales de compression de 3,7%. De même, la ductilité semble diminuer légèrement par rapport aux essais de base. L'essai de compression préalable endommage donc le matériau dans des proportions non négligeables.

Sur la figure IV.5 a, le début des courbes de fluage tension sous 170 MPa sur des éprouvettes prédéformées en compression sous 170 MPa de 0,52% et 1,46% et sur une éprouvette classique est détaillé et apporte les remarques suivantes :

- la déformation primaire est plus importante sur l'essai en tension pure
- elle augmente avec la déformation initiale de compression.

On constate sur les mêmes courbes mais dans une autre échelle (Fig. IV.5 b) que :

- la durée du stade de fluage secondaire diminue après une prédéformation en compression
- de même, ce stade devient plus court lorsque le taux de déformation en compression préalable augmente

IV.3.2. EVOLUTION MICROSTRUCTURALE DES PHASES APRES FLUAGE TENSION SUR EPROUVETTES PREDEFORMEES EN COMPRESSION (Fig. IV.6).

Pour une déformation préalable de 0,52%, il semble que lors du fluage tension, les plaquettes se forment perpendiculairement à l'axe de la contrainte. La coupe longitudinale $\langle 100 \rangle$ de la figure IV.6 a présente un aspect très bousculé à cause de la déformation très élevée mais une tendance à un alignement le long d'une direction $\langle 010 \rangle$ peut tout de même se deviner.

t_R^B	A_R^B (%)	Prédéformation en compression (%)	t_c (h) temps de compression	t_R^T (h)	A_R (%)
330 h	22%	-	-	-	-
-	-	1%	237	135	23

TABLEAU IV.3. : Données de fluage tension à 1050°C sous 140 MPa avec ou sans prédéformation en compression.

Toutefois, on n'observe pas comme en tension classique de longues plaquettes bien alignées.

Par contre, pour une déformation initiale de compression plus importante, une coupe transversale du fût de l'éprouvette (Fig. IV.6 b) montre les deux systèmes de plaquettes parallèles à l'axe de la contrainte. Elles sont moins marquées mais il est clair que la structure en radeaux normaux à σ n'a pas eu le temps de s'installer lors du fluage tension étant donné la durée de vie très courte : 26h.

D'ailleurs, nous avons constaté que le stade secondaire en tension diminuait avec un taux de prédéformation plus élevé (Fig. IV.5 b). En fluage tension classique à 1050°C, ce stade de fluage correspond à l'établissement de la structure en radeaux bien allongés et perpendiculaires à l'axe de la contrainte. On constate effectivement que cette structure est d'autant moins marquée que le taux de prédéformation préalable augmente.

Si la déformation en début de fluage est faible dans ce type d'essai, il n'en reste pas moins vrai qu'à partir d'un moment, la rupture intervient assez rapidement. Toutefois, il ne faut pas oublier que la contrainte appliquée est très élevée (170 MPa) et les temps de fluage s'en trouvent fortement diminués.

Afin d'éclaircir le rôle de la contrainte, un essai de fluage tension à 1050°C sous 140 MPa a été effectué sur une éprouvette prédéformée en compression jusqu'à 1% de déformation à 1050°C. Les caractéristiques de l'essai sont données dans le tableau IV.3 ainsi que celle d'un essai classique de fluage tension sous la même contrainte.

Si l'on compare la durée de vie sous 140 MPa d'une éprouvette sollicitée uniquement en tension (350h) à celle d'une éprouvette préalablement déformée en compression (135h), on constate une chute d'un facteur 2,5 environ.

Sous 170 MPa, le temps à rupture diminuerait dans les mêmes proportions avec un taux de compression préalable de 1% (Tableau IV.2).

Ce résultat permet donc d'attribuer la diminution de la durée de vie de l'alliage à la prédéformation en compression, observée quelle que soit la contrainte appliquée.

IV.4. STRUCTURES DE DISLOCATIONS APRES FLUAGE COMPRESSION A 1050°C SOUS 140 MPA ($\varepsilon_c = 0,23\%$)

Sur une lame de normale $\langle 010 \rangle$, apparaissent des dislocations de vecteurs de Burgers $\pm \frac{a}{2} [0\bar{1}1]$ (Fig. IV.7). Ces dislocations ont glissé dans des plans de type $\{111\}$ de la matrice γ et forment des réseaux carrés à l'interface γ/γ' (010). Leur vecteur de Burgers fait un angle de 45° avec cette dernière. Une lame de normale $\langle 100 \rangle$ permettrait probablement d'observer les deux autres types de dislocations théoriquement activées par une contrainte suivant l'axe $\langle 001 \rangle$, c'est à dire $\pm \frac{a}{2} [\bar{1}01]$.

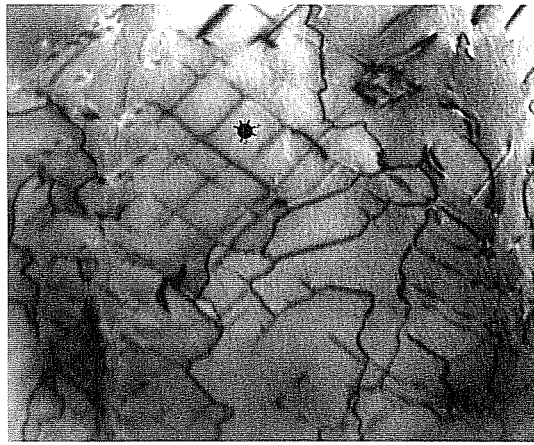
Sur la figure IV.8 représentant une autre zone de la lame précédente, l'interface γ/γ' est tapissée de très nombreuses dislocations, équidistantes et en position coin, leur vecteur de Burgers $b = \frac{a}{2} [0\bar{1}1]$ faisant un angle de 45° avec l'interface (010). Le schéma de la figure IV.9 explique la configuration de dislocations observées sur cette lame. On constate que le vecteur de Burgers de ces dislocations est contenu dans l'interface où elles se situent et qu'elle compensent effectivement le misfit sur les faces (010) comme le feraient d'ailleurs de manière identique des dislocations de $b = \frac{1}{2} [0.]$ sur les faces (100). Elles n'ont donc pas tendance, à se recombinaison sur ces faces car les dislocations ainsi formées auraient un vecteur de Burgers situé hors du plan d'interface et qui ne compenserait plus le misfit. Les réseaux statiques ne sont donc pas observés en compression. Toutefois, il arrive qu'à la jonction des interfaces (100) et (010), des dislocations statiques parviennent à se former comme c'est le cas, par exemple, en A sur la figure IV.8.

Ce réseau hexagonal est détaillé dans le schéma IV.1 et ces structures doivent probablement résulter de l'intersection des configurations existant dans les faces (100) et (010) des cuboïdes γ' .

IV.5. INTERPRETATION DES RESULTATS

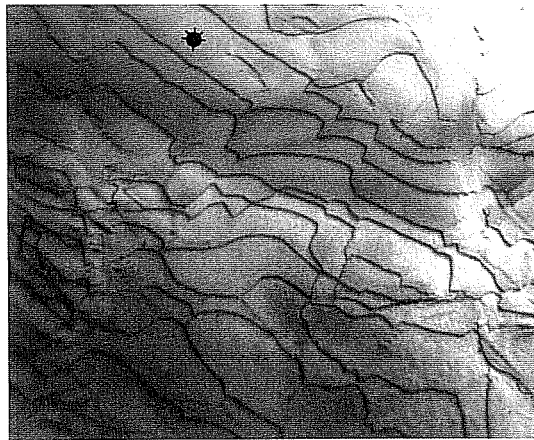
En compression, la coalescence se présente sous la forme de 2 familles de plaquettes de normales $\langle 100 \rangle$ et $\langle 010 \rangle$, parallèles à l'axe de sollicitation.

L'étude des mécanismes de déformation a conduit aux conclusions suivantes :



$$g = [200]$$

0.5 μm



$$g = [\bar{1}11]$$

0.5 μm

Figure IV.7 : Structures de dislocations dans l'alliage AM1 flué en compression à 1050°C sous 140 MPa jusqu'à 0.23% de déformation. Lamme $\langle 010 \rangle$.

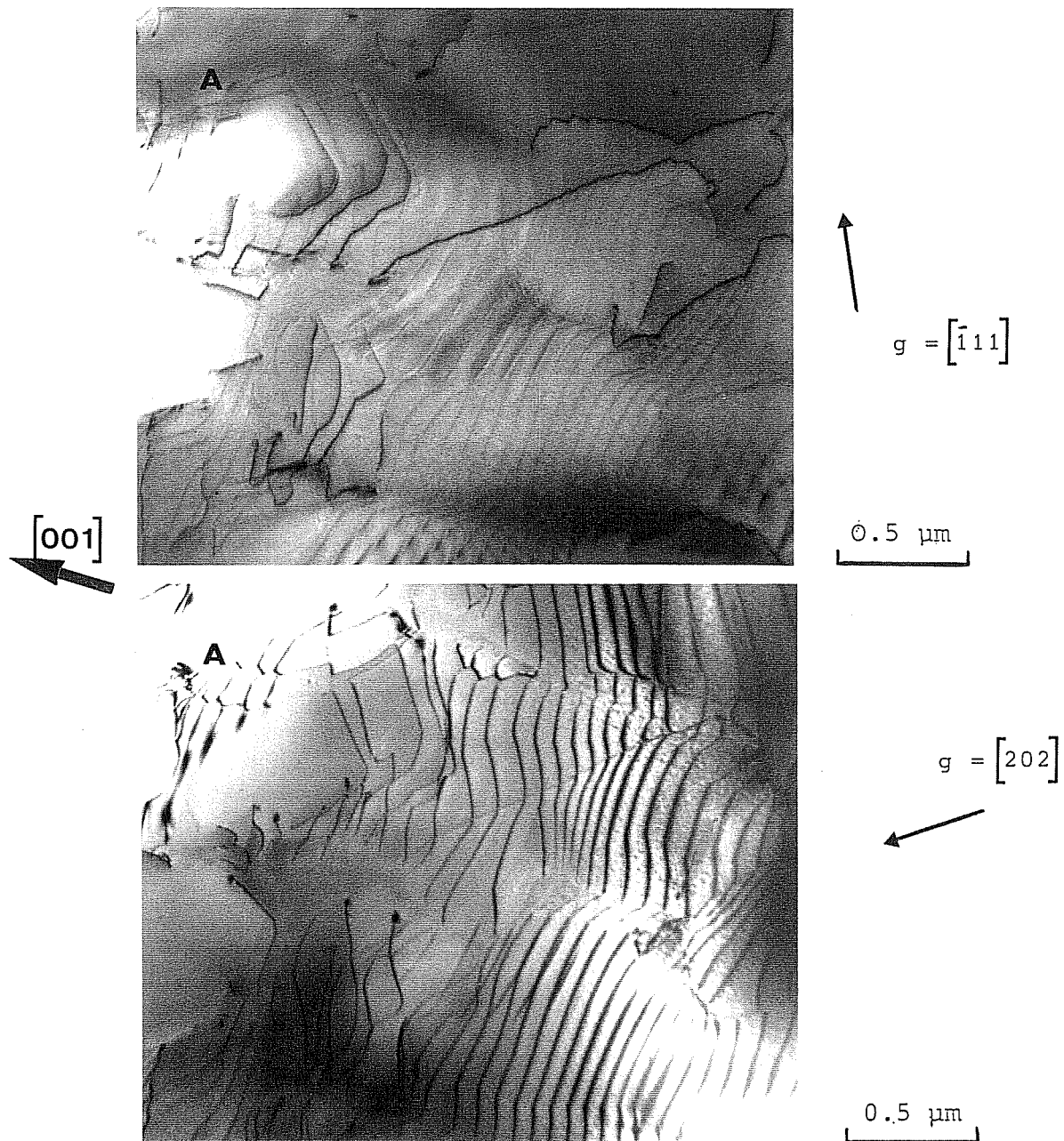


Figure IV.8 : Alignement de dislocations dans les interfaces γ/γ' dans l'alliage AM1 flué en compression à 1050°C sous 140 MPa. ($\epsilon_c = 0.23\%$). lame $\langle 010 \rangle$.

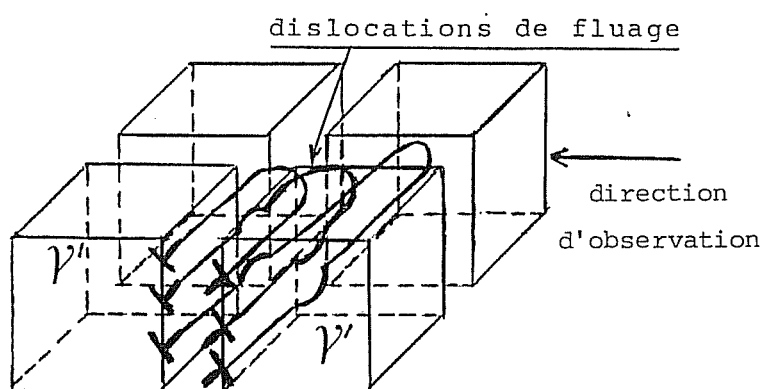


Figure IV.9 : Schéma explicatif de la configuration de dislocations de la figure IV.8.

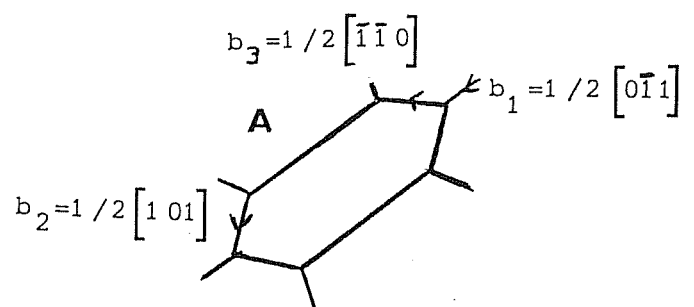


Schéma IV.1 : Détail de la zone A (figure IV.8) où deux systèmes interagissent.

- en tout début de fluage, et quel que soit le sens de la sollicitation, les dislocations activées sont de type $\pm \frac{a}{2} [..1]$. Elles glissent dans les plans $\{111\}$ de la matrice souvent par glissement dévié répété et se plaquent en position coin dans les interfaces γ/γ' ,

- en tension, elles sont dirigées vers les interfaces (001) et se recombinent de la manière suivante : $\frac{a}{2} [101] + \frac{a}{2} [01\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{2} [110]$ en créant ainsi des réseaux bidimensionnels qui ne sont pas sollicités par la contrainte appliquée et compensent bien le misfit. Ils sont appelés "réseaux statiques",

- en compression, elles viennent au contraire se rassembler dans les interfaces (010) et (100) parallèles à l'axe de la contrainte mais n'ont pas tendance à s'y recombinaison et former des réseaux statiques car elles n'y compenseraient plus le misfit. Les réseaux statiques ne sont donc pas observés en compression; par contre le fluage semble contrôlé par la montée d'ensembles de dislocations coins alignées parallèles entre elles dans les interfaces γ/γ' et disposées normalement à l'axe de la contrainte.

Le libre parcours moyen des dislocations activées étant très faible en compression à cause de la présence des plaquettes parallèles à l'axe de la contrainte, le matériau se déforme moins par glissement au cours du fluage primaire mais la vitesse de déformation après ce stade est identique à celle d'un essai de fluage tension. Cela signifie que les phénomènes de montée de dislocations régissent la vitesse de déformation comme lors d'une tension classique. C'est bien ce qui est observé par analyse des dislocations (Fig. IV.8).

L'effet d'une prédéformation en compression sur le fluage tension de ces matériaux à 1050°C se révèle endommageant :

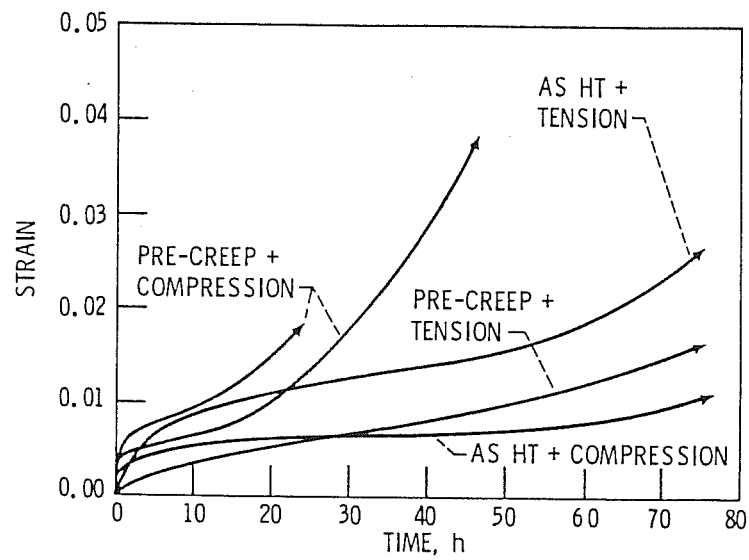
- lorsque le taux de prédéformation augmente, la durée de vie en fluage tension diminue,
- parallèlement la structure de coalescence en plaquettes normales à l'axe de l'éprouvette n'a pas le temps de s'établir lors de l'essai en tension.

Cependant, le début des courbes de fluage tension sur éprouvettes prédéformées montre un ralentissement de la cinétique de fluage. En effet, la faible déformation primaire enregistrée par rapport à un essai de tension classique est probablement due au fait que la géométrie du système joue effectivement le rôle escompté à savoir que le libre parcours moyen des dislocations sollicitées par la contrainte de tension est plus court. Cependant, au

bout d'un certain temps, lorsque les plaquettes normales à l'axe apparaissent la densité de dislocations mobilisables est très grande. Ces dislocations proviennent de la déformation initiale en compression. Elles peuvent se propager par glissement plus facilement. On n'a donc pas le temps de profiter de l'installation des plaquettes perpendiculaires à la contrainte. Ce phénomène a pour conséquence un accroissement très important de la vitesse de déformation et finalement une rupture précoce.

Une autre preuve de l'importance des structures de dislocations de fluage est apportée dans une étude sur du NASAIR 100 (63). On constate que les courbes (1) et (2) de fluage compression à 1000°C sous 207 MPa sur des échantillons prédéformés en tension (Fig. IV.10) présente un stade tertiaire beaucoup plus tôt (10h-20h) que lors d'un essai de tension classique ou de compression (60h-70h).

Ces constatations nous amènent une fois de plus à penser que la déformation plastique accumulée au préalable est responsable de l'importante augmentation de la vitesse de fluage. Toutefois, contrairement à ce qui est observé pour l'AM1 prédéformé en compression avant l'essai de fluage tension, le fluage primaire prend plus d'importance que pour les essais classiques. Comme la prédéformation en tension a permis d'obtenir des plaquettes perpendiculaires à l'axe de la contrainte, les dislocations peuvent facilement se propager dans les couloirs horizontaux lors de l'application de la charge, leur libre parcours moyen restant grand. Elles véhiculent donc la déformation et, ajoutées aux dislocations dues au fluage tension précédent, conduisent à un taux de déformation très élevée. Ainsi, même si les plaquettes parallèles à l'axe de la contrainte ont le temps de se mettre en place pour limiter quelque peu le trajet des dislocations, l'accumulation de ces dernières entraîne une instabilité qui provoque rapidement la rupture.



pre-creep = prédéformation en tension
 AS HT = après traitement thermique

Figure IV.10 : Effet d'une prédéformation en tension sur le fluage compression du NASAIR 100 à 1000°C sous 207 MPa (63).

- après traitement thermique : précipités γ' cuboïdaux
- après la pré-déformation en tension : plaquettes perpendiculaires à l'axe de la contrainte.

IV.6. CONCLUSION

Le fait de retarder l'apparition de la structure en plaquettes perpendiculaires à l'axe de la contrainte aurait effectivement pu permettre de bénéficier plus longtemps de l'aspect positif de cette morphologie. Mais, nous avons constaté que finalement, une prédéformation plastique, qu'elle soit en compression ou en tension, ne peut en aucun cas apporter une amélioration à la résistance au fluage car la présence d'une forte densité de dislocations est un facteur décisif dans le comportement de ces alliages avant le fluage tertiaire.

Cette étude corrobore bien les conclusions de Mc Lean et coll (57, 58). En effet, l'apparition du fluage tertiaire dépend plutôt ici de la déformation plastique subie au préalable, et par conséquent de la densité de dislocations. A contrario, si l'on débarrasse le matériau de ces dislocations de fluage, on peut retrouver ses propriétés initiales. Ainsi, A. Fredholm (67) a montré qu'après un traitement à 1300°C pendant 30 mn sur une aube déjà fluée en tension à 1050°C, donc présentant une coalescence de type N, l'alliage se régénère totalement. Les réseaux de dislocations qui étaient présents se sont donc annihilés après le traitement de remise en solution.

CHAPITRE V

INFLUENCE DE

L'ORIENTATION CRISTALLOGRAPHIQUE

SUR LE FLUAGE DE L'AM1

A 950°C SOUS 240 MPA

V. INFLUENCE DE L'ORIENTATION CRISTALLOGRAPHIQUE SUR LE FLUAGE DE L'AM1 A 950 °C SOUS 240 MPA

Les premières observations montrant la dépendance des changements morphologiques des précipités γ' dans les monocristaux avec la direction cristallographique selon laquelle la contrainte est appliquée (et son sens) ont été effectuées sur l'alliage UDIMET 700 (60).

Les auteurs de cette étude ont montré que les 3 facteurs qui gouvernent les variations de formes énergétiquement favorables sont :

- le rapport des modules d'Young de la phase γ' et de la matrice γ : $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$,
- le signe du paramètre d'écart à la cohérence : $\delta = 2 \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}}$,
- le sens et la direction de la contrainte appliquée σ_a .

Les structures obtenues sont résumées sur la figure V.1. (60).

On constate ainsi après fluage tension à 954°C que pour une structure initiale de précipités γ' cuboïdes, et pour un alliage dont le misfit δ est négatif ($\delta = -4,4 \cdot 10^{-3}$ à 1050°C, (6)) on obtient respectivement pour une contrainte appliquée suivant $\langle 001 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$:

- selon $\langle 001 \rangle$, un système de plaquettes perpendiculaires à l'axe $\langle 001 \rangle$,
- selon $\langle 110 \rangle$, un système de bâtonnets dont le grand axe est normal à la direction de la contrainte,
- selon $\langle 111 \rangle$, un grossissement isotrope des précipités sans élongation particulière.

Carry a étudié, quant à lui, les morphologies de plaquettes qui se développent dans l'alliage 01 en fluage tension à 850°C suivant l'orientation cristallographique de l'axe de sollicitation (65).

A cette température le misfit de cet alliage est positif ($\delta = +3,7 \cdot 10^{-3}$ à 1050°C) et A. Fredholm a montré l'influence du signe de ce paramètre sur les morphologies de coalescence (6). On observe effectivement pour une sollicitation en tension le long d'une direction proche de l'axe $\langle 001 \rangle$ (Fig. V.2) un ou deux systèmes de plaquettes plus ou moins développées, parallèles à l'axe de la contrainte. De plus, les effets d'une désorientation cristallographique par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ sont mis en évidence sur cette figure. Ainsi,

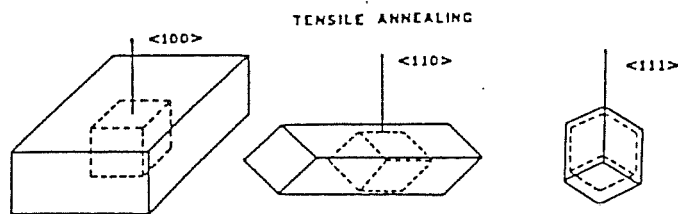


Figure V.1 : Effet de l'orientation de la contrainte sur l'évolution de la morphologie des précipités (60).

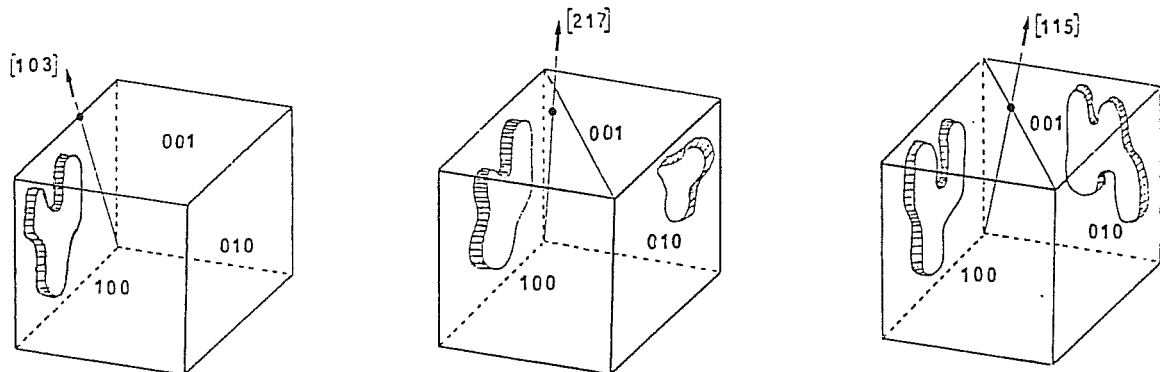


Figure V.2 : Evolution du nombre de systèmes de plaquettes avec le nombre de systèmes de glissements de type $\{110\} \langle 110 \rangle$ activés (65).

Direction de σ_s	Temps de fluage (h)	Déformation (%)	Désorientation
$\langle 001 \rangle$	68	0,20	4°
	281	2,30	6°
	421	6,20	6°
	$t_R = 498$	$\epsilon_R = 26,70$	4°
$\langle 011 \rangle$	25	0,20	14°
	217	0,10	8°
	$t_R = 405$	$\epsilon_R = 20$	14°
	$t_R = 434$	$\epsilon_R = 11$	5°
	$t_R = 525$	$\epsilon_R = 17$	8°
$\langle 111 \rangle$	4	0,12	2,5°
	48	1,97	16°
	137	5,03	16°
	$t_R = 577$	$\epsilon_R = 15,7$	2,5°
	$t_R = 372^*$	$\epsilon_R = 24$	7°

* Cet essai a été réalisé par SNECMA YKO (68)

TABLEAU V.1. : Résultats de fluage à 950°C sous 240 MPa de l'AM1 $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$.

l'auteur a relié le nombre de systèmes de plaquettes se formant lors du fluage en tension au nombre de systèmes de glissement de type $\{110\}$ $\langle 110 \rangle$ sollicités, ces derniers augmentant lorsque l'on passe d'une orientation $[103]$ à $[115]$.

L'alliage AM1 que nous étudions maintenant possède un misfit négatif à 950°C et vraisemblablement $E_{\gamma'} > E_{\gamma}$ (6). Il présentera donc en fluage tension selon $\langle 001 \rangle$, un système de plaquettes perpendiculaires à l'axe de la contrainte comme à 1050°C sous 140 MPa. C'est ce que nous appellerons un système à un variant.

Afin d'étudier d'autres types de morphologies de coalescence à plusieurs variants (2 et 3), des éprouvettes monocristallines d'AM1 d'orientation cristallographique $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ vont être caractérisées en fluage à 950°C sous 240 MPa.

V.1. RESULTATS DE FLUAGE

Des essais de fluage jusqu'à rupture ou interrompus à différents taux de déformation ont été menés sur des éprouvettes d'AM1 à 950°C sous 240 MPa. Trois orientations de symétrie élevée ont été choisies, $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ mais les éprouvettes présentent souvent des désorientations variées par rapport à ces directions privilégiées. Le tableau V.1. rappelle les résultats obtenus en fonction de l'orientation avec l'écart angulaire par rapport à cette dernière.

Les durées de vie restent dans la même fourchette de temps pour les 3 directions. Cependant, pour l'orientation $\langle 111 \rangle$, l'effet de désorientation est très marqué étant donné que la durée de vie chute de 577h à 372h lorsque l'axe de l'éprouvette s'écarte de $2,5^\circ$ à 7° par rapport à $\langle 111 \rangle$ exacte.

En $\langle 011 \rangle$, l'effet se fait moins sentir quant aux temps à rupture; par contre, il prend plus d'importance au début du fluage (Fig. V.3). L'éprouvette à 14° de $\langle 011 \rangle$ atteint une déformation de 0,1% dès l'application de la contrainte. Par contre à 8° de $\langle 011 \rangle$, l'éprouvette ne flue pas pendant 140h. Ce phénomène se répète à chaque essai lorsque l'orientation est proche de $\langle 011 \rangle$ comme on peut le constater sur la figure V.4. En effet, le matériau ne flue pratiquement pas pendant la quasi-totalité de l'essai et le fluage tertiaire

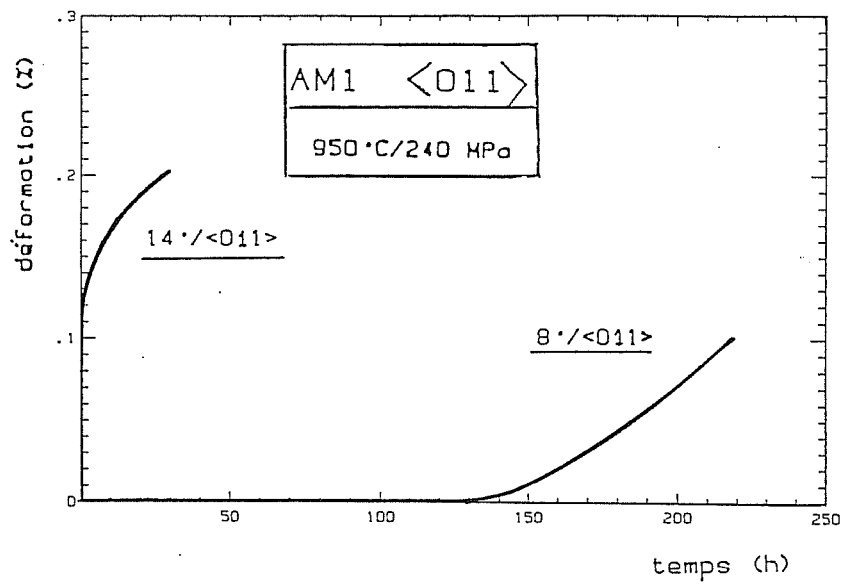


Figure V.3 : Influence de la désorientation par rapport à l'axe $\langle 011 \rangle$ sur le début du fluage de l'AM1 à 950°C sous 240 MPa.

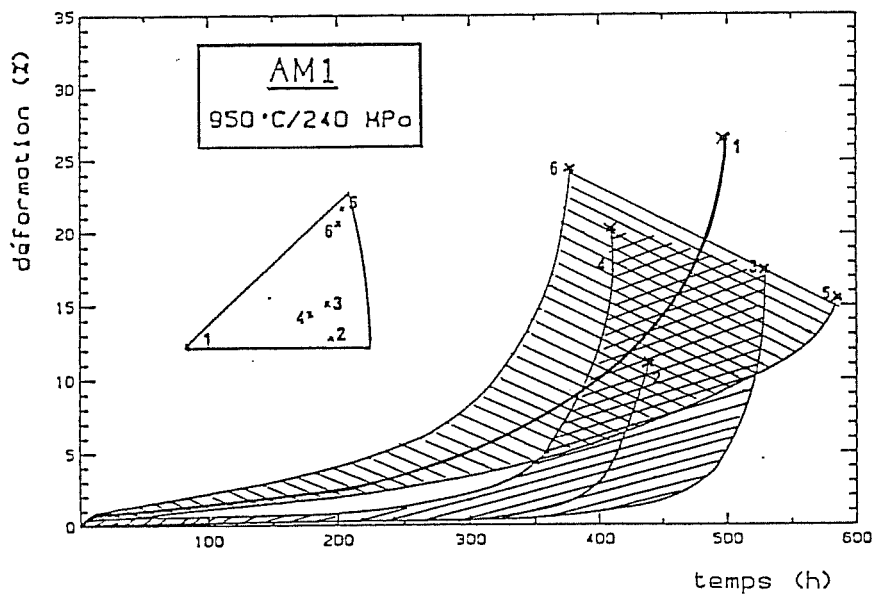


Figure V.4 : Influence de l'orientation cristallographique sur le fluage de l'AM1 à 950°C sous 240 MPa.

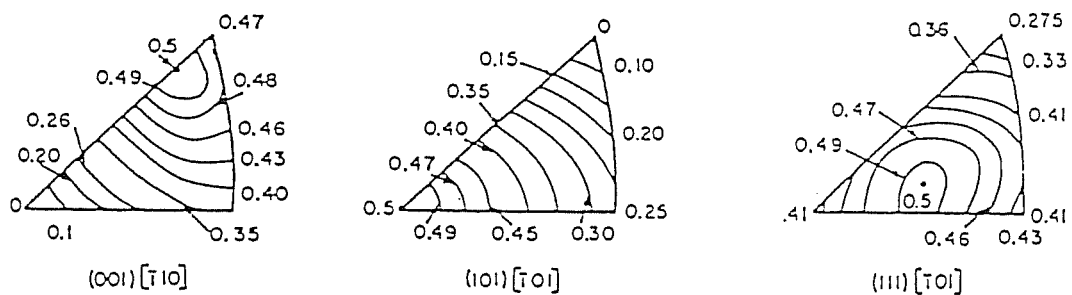


Figure V.5 : Cartes d'isocontours du facteur de Schmid pour différents systèmes de glissement.

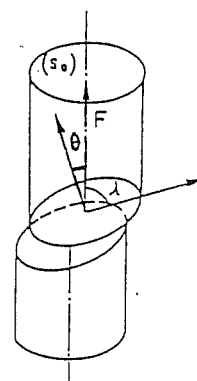
apparaît très brutalement. Pour les autres orientations, $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$, la vitesse de déformation croît légèrement tout au long du fluage et la rupture intervient moins subitement.

Un autre phénomène intéressant concerne la vitesse de fluage deux fois plus importante pour l'orientation $\langle 001 \rangle$ que pour l'orientation $\langle 011 \rangle$. Pourtant, nous avons vu que les temps à rupture étaient identiques (Fig. V.4). En effet, pour ces deux orientations, on se situe dans le domaine de prédominance des systèmes de glissement de type $\{111\} \langle 110 \rangle$ (Fig. V.5). La cission critique sur chacun de ces systèmes est identique pour les deux orientations mais le nombre de systèmes activés en orientation $\langle 001 \rangle$ est plus important que dans l'autre conduisant donc à une déformation de fluage deux fois plus élevée. L'alliage monocristallin $\gamma' \text{Ni}_3\text{Al}$ présente le même phénomène lors d'essais de fluage compression à 982°C (69) et ce comportement est expliqué en terme de facteur de Schmid.

Rappelons que la loi de Schmid énonce que la cission critique résolue τ_c sur un système de glissement quelconque garde une valeur constante à une température donnée, quelle que soit l'orientation de l'axe de traction par rapport au réseau cristallin :

$$\tau_c = \frac{F}{S_0} \cos \theta \cos \lambda$$

avec τ_c = cission résolue
 F/S_0 = contrainte normale appliquée
 $\cos \theta \cos \lambda$ = facteur de Schmid.



La valeur que prend ce dernier terme pour les systèmes de glissement possibles permet normalement de prévoir lesquels seront activés pour une orientation particulière de la contrainte.

En orientation $\langle 001 \rangle$ parfaite, 8 systèmes de glissement octaédrique seront également existés; 4 seulement pour une orientation suivant $\langle 011 \rangle$.

V.2. MORPHOLOGIES DE COALESCENCE LORS DU FLUAGE A 950°C SOUS 240 MPa

Cette étude a été systématiquement menée par MEB sur des coupes longitudinales d'orientation connue, effectuées sur des éprouvettes fluées.

V.2.1. ORIENTATION $\langle 001 \rangle$ (Fig. V.6)

Après 68h de fluage, la coalescence orientée a débuté mais ne présente pas encore des plaquettes bien définies. Quelques précipités γ' sont accolés mais on distingue encore les ébauches des murs de matrice verticaux. Souvenons-nous que le même alliage flué à 1050°C sous 140 MPa présentait déjà une anisotropie très marquée seulement après 15h de fluage et pour un taux de déformation légèrement plus faible 0,15% (cf. § III.2.2). Ceci met en évidence l'effet de la température. Les phénomènes de diffusion ralentissent à 950°C et par conséquent, la cinétique de mise en radeaux est également plus lente.

Au bout de 280h de fluage, les plaquettes normales à $\langle 001 \rangle$ se sont établies mais semblent plus rectilignes que pour une déformation équivalente à 1050°C (Fig. III.5). De plus, jusqu'à la rupture, ces radeaux ne se morcellent pratiquement pas. La déformation se propage dans le matériau de manière beaucoup plus uniforme dans le temps à plus basse température.

Parallèlement, la matrice γ épaissit moins vite en début de fluage mais de manière croissante et monotone jusqu'à la fin de l'essai (Fig. V.7). Il n'en est pas de même lors du fluage à 1050°C où la vitesse d'épaississement était importante dans le stade primaire, restait constante pendant le fluage stationnaire et redevenait élevée durant la dernière phase de l'essai.

En fait, la vitesse d'épaississement de la matrice γ traduit le comportement du matériau en fluage. A une vitesse de déformation élevée correspond une cinétique de croissance de γ importante; en régime stationnaire cette dernière se maintient constante.

Finalement, l'effet de la température l'emporte sur celui de la contrainte car à 950°C sous 240 MPa, la durée de vie du matériau reste malgré tout très élevée (500h). En effet, la température plus basse retarde le phénomène de coalescence orientée.

Cependant les mécanismes se déroulant lentement et la structure en plaquettes s'installant plus tardivement permettent au matériau de se consolider dans la phase où à 1050°C il devient plus vulnérable. En effet, une structure très coalescée offre, à un moment donné du fluage, une facilité de

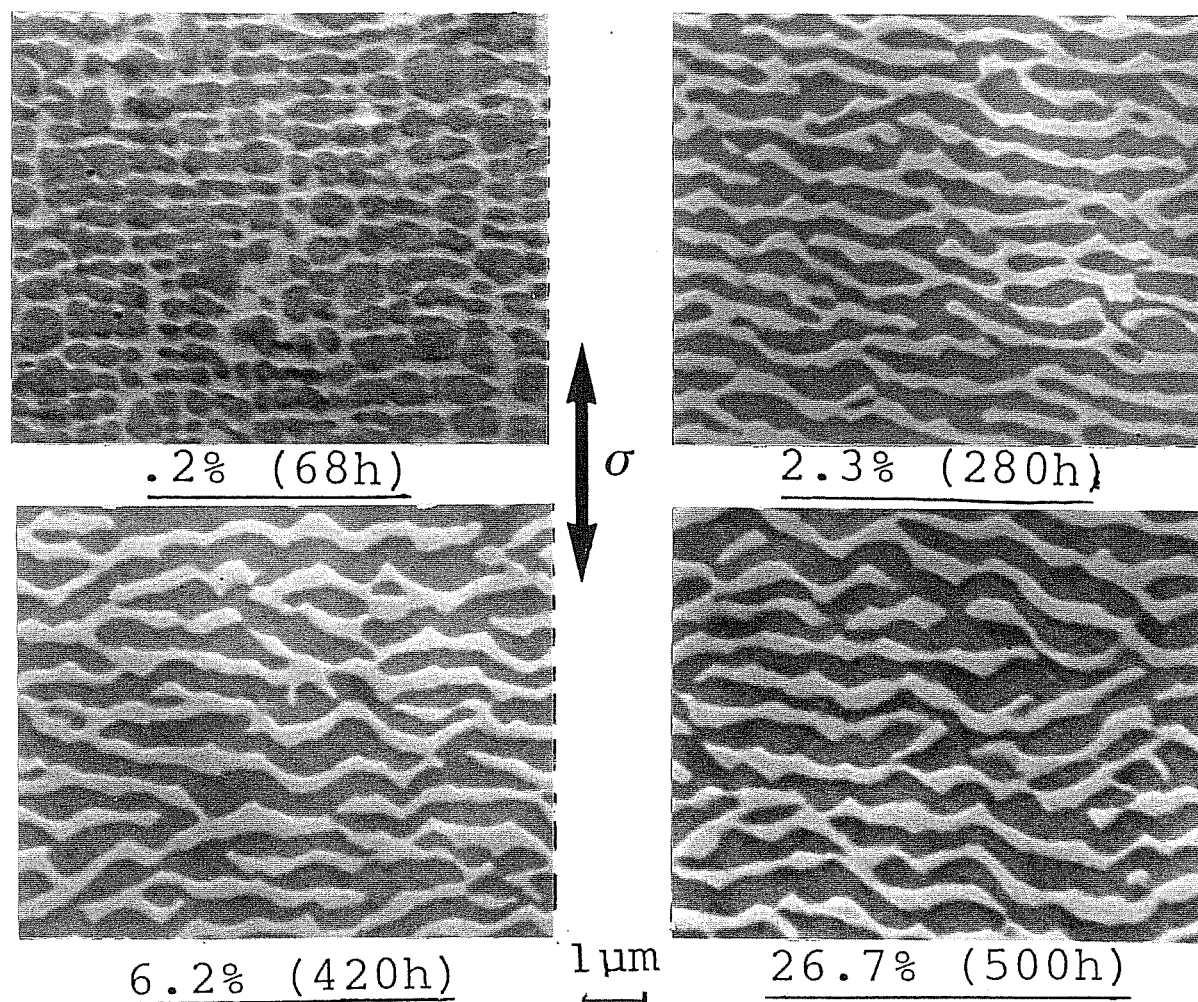


Figure V.6 : Coupes longitudinales d'AM1 $\langle 001 \rangle$ flué à 950°C sous 240 MPa à différents taux de déformation.

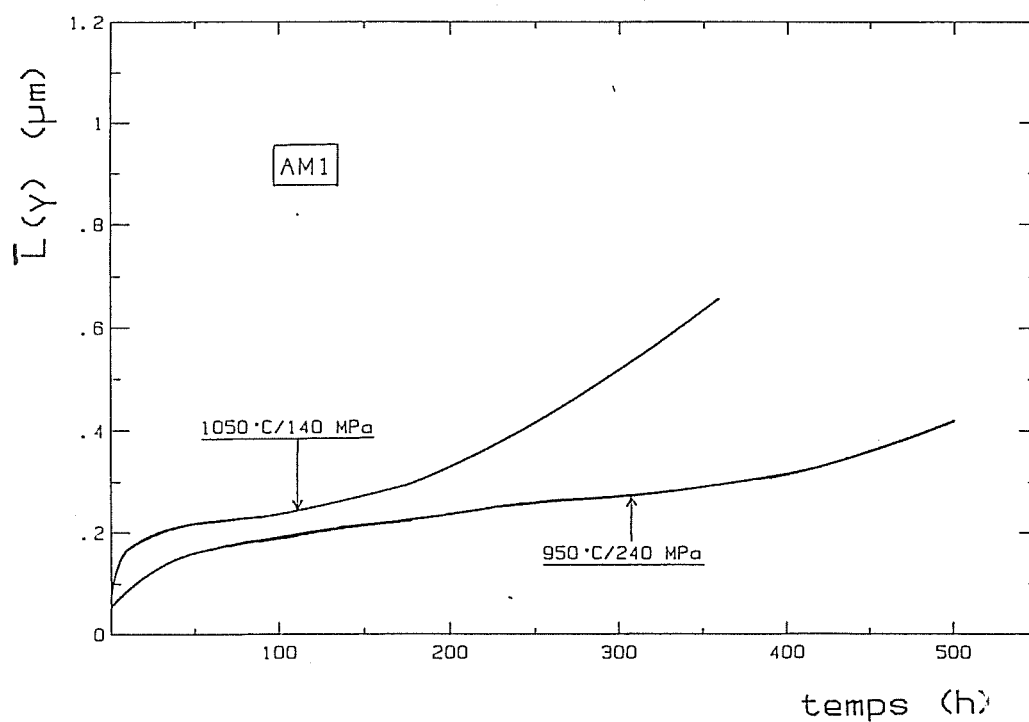
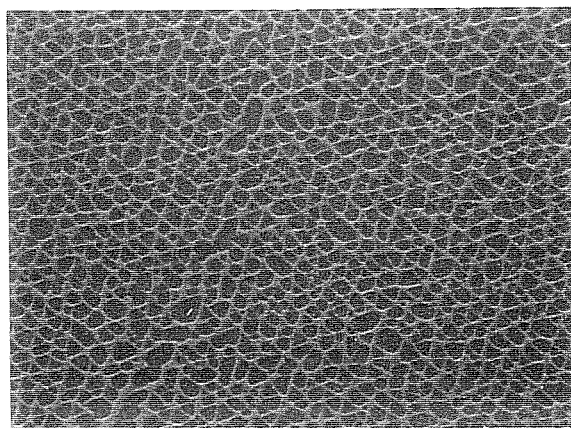
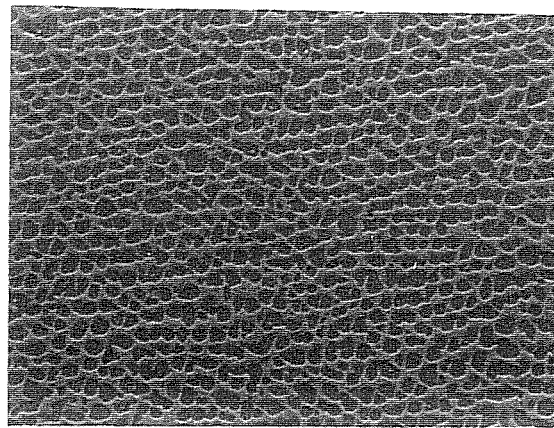


Figure V.7 : Variations de la traversée moyenne de la matrice en fonction du temps de fluage pour l'alliage AM1 flué :

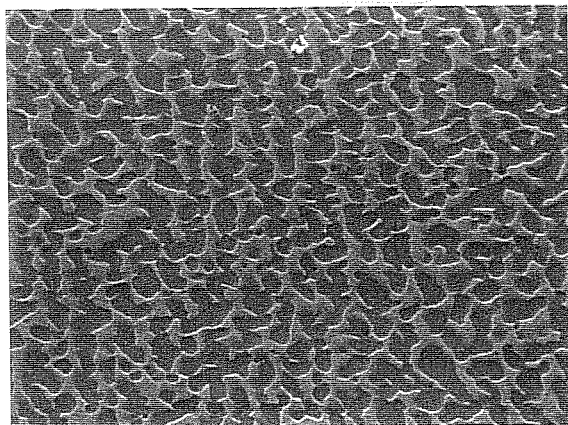
- à 1050°C sous 140 MPa
- à 950°C sous 240 MPa.



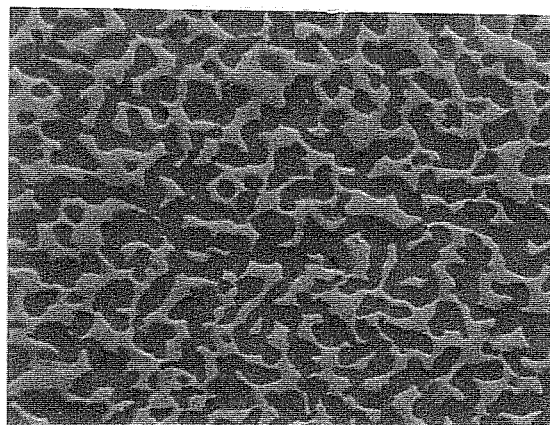
.12% (4h)



1.97% (48h)



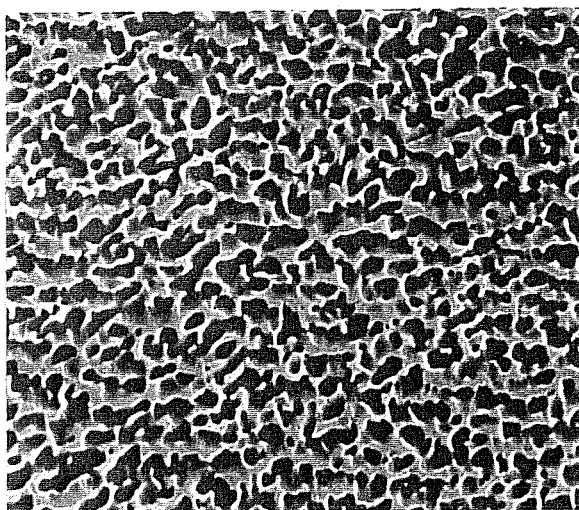
5% (137h)



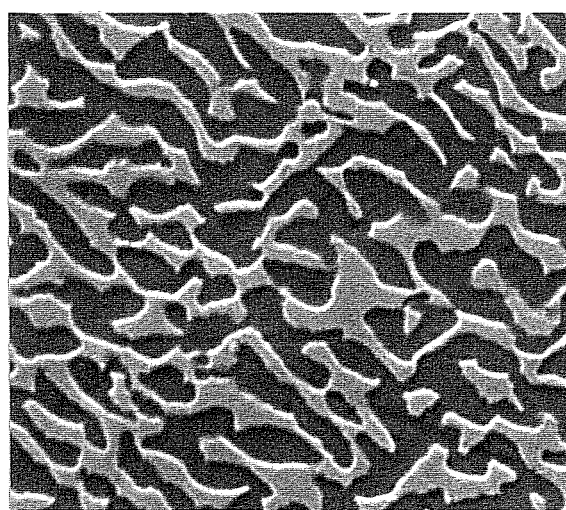
15.7% (577h)

1 μ m

Figure V.8 : Coupes transversales d'AM1 d'orientation $\langle 111 \rangle$ flué à 950°C sous 240 MPa à différents stades de déformation.



5% (137h)



15.7% (577h)

1 μ m

Figure V.9 : Coupes longitudinales (100) d'AM1 d'orientation $\langle 111 \rangle$ flué à 950°C sous 240 MPa.

cisaillement de la phase γ' . Cette possibilité est en fait retardée à 950°C et la cinétique d'épaississement de γ reste constante jusqu'à la rupture.

D'ailleurs l'examen qualitatif des micrographies de la figure V.6 prouve bien que la phase γ' épaissit, elle aussi, très discrètement, sans variation brutale au cours du fluage. Nous savons qu'à 1050°C, le cisaillement simultané des deux phases prenait place en fin du fluage secondaire (Figs. III.7 et III.8), conséquence de l'établissement précoce de la structure en radeaux.

Il semble toujours souhaitable pour un matériau présentant le phénomène de coalescence orientée que cette dernière apparaisse plus tard dans le fluage. A 950°C, le matériau bénéficie plus longtemps de l'effet positif des plaquettes.

En résumé, lors du fluage de l'AM1 $\langle 001 \rangle$, à 950°C sous 240 MPa, une coalescence de type N se développe (un système de plaquettes perpendiculaires à l'axe de la traction) comme à 1050°C.

Voyons maintenant les morphologies de coalescence pour les autres orientations.

V.2.2. ORIENTATION $\langle 111 \rangle$

Les coupes transversales examinées à différentes étapes de fluage (Fig. V.8) montrent que pour cette orientation cristallographique, il n'existe pas à proprement parler d'anisotropie mais plutôt d'une coalescence en volume. Cependant, après 19,7% de déformation, quelques murs de matrice γ ont disparu. Au bout de 137h de fluage, des plaquettes de phase γ' orientées principalement le long de 3 directions apparaissent par endroits mais leur longueur n'excède pas 1,5 μm . Pour un temps de fluage équivalent sur une éprouvette orientée $\langle 001 \rangle$, les radeaux parfaitement rectilignes, perpendiculaires à l'axe de la contrainte atteindraient au moins 10 μm (Fig. V.6). Compte tenu de la désorientation de 16° par rapport à un axe $\langle 111 \rangle$ réel, et d'après les angles mesurés entre les directions d'élongation des précipités γ' , ces dernières semblent correspondre à des directions de type $\langle 100 \rangle$. Les micrographies de la figure V.9 rendent mieux compte de ce phénomène car elles représentent des coupes longitudinales (100). Sur l'état à rupture, on distingue 3 directions de coalescence. Deux directions à 90° l'une de l'autre représentent deux axes $\langle 100 \rangle$ et la troisième n'est due qu'à un effet de déformation importante car on observe un morcellement des plaquettes. Par conséquent, il semble d'après ces observations que de courts radeaux se soient formés le long des 3 directions

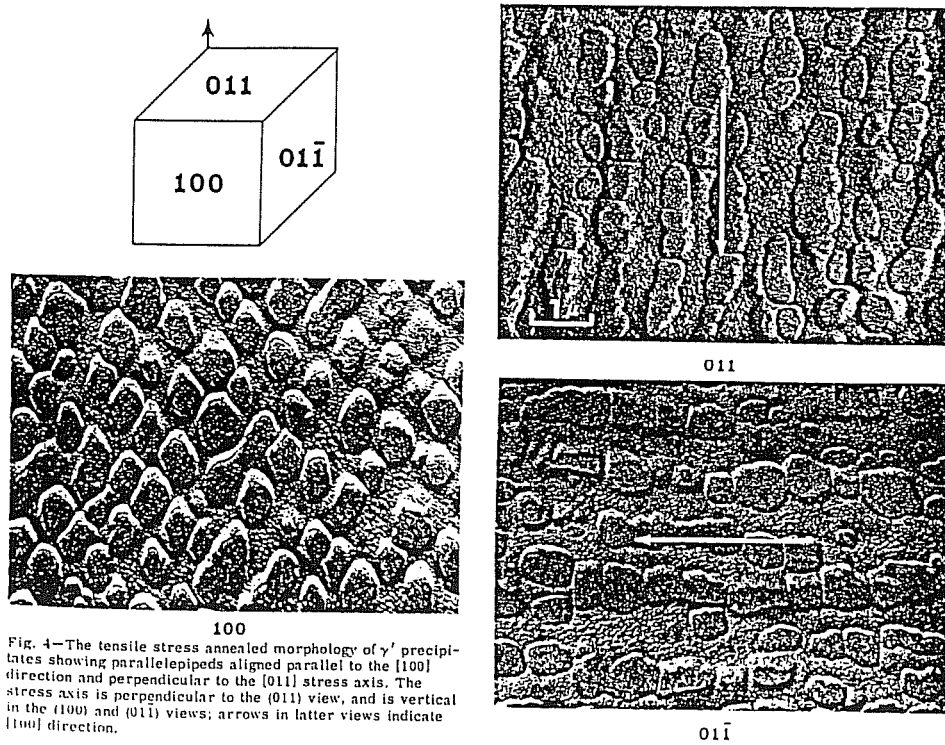


Figure V.10 : Morphologies de coalescence après fluage de l'UDIMET 700 en tension le long de $\langle 011 \rangle$ (60).

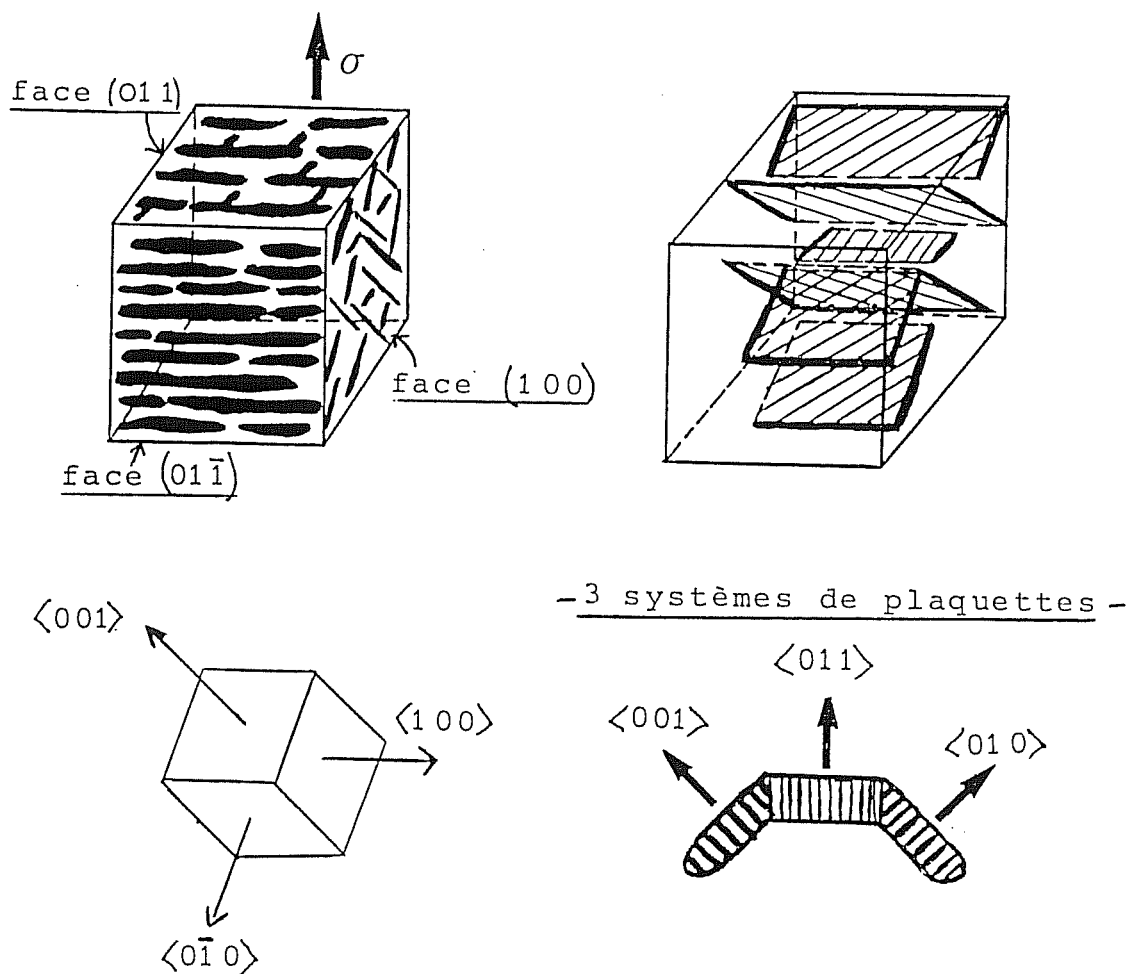


Figure V.12 : Schéma explicitant la morphologie des plaquettes observées après fluage le long de $\langle 011 \rangle$.

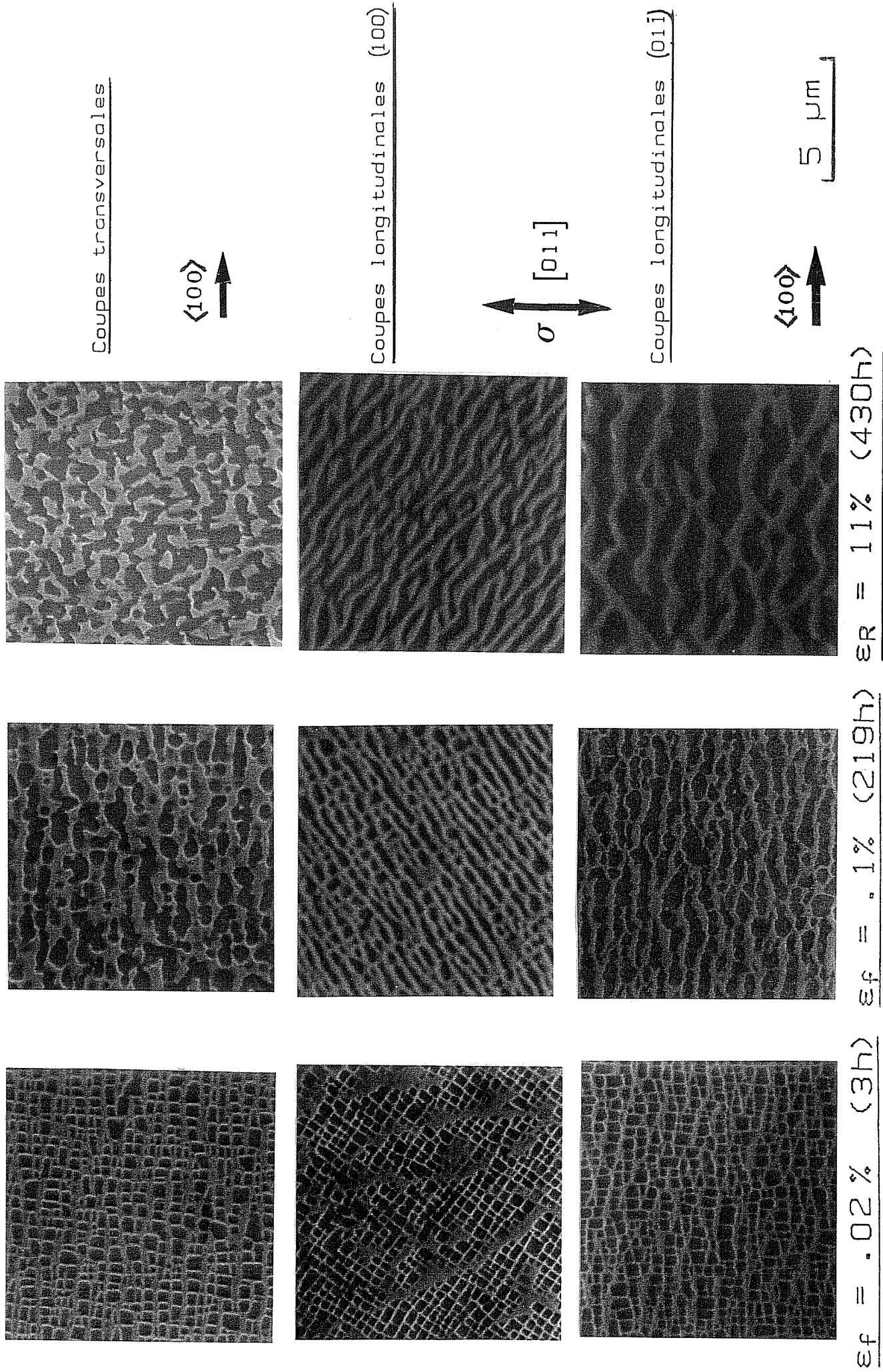


Figure V.11 : Evolution de la microstructure sur différentes coupes en fonction du temps de fluage de l'AM1 $\langle 011 \rangle$ flué à 950°C sous 240 MPa.

de type $\langle 100 \rangle$ donc de manière totalement isotrope. Comme l'avaient déjà constaté Tien et coll. (60), une sollicitation en fluage tension le long d'un axe $\langle 111 \rangle$ à 950°C entraîne une coalescence en volume des précipités γ' , cuboïdaux initialement.

Des observations effectuées par Caron et coll. (70) sur du CMSX-2 d'orientation $\langle 111 \rangle$ flué à 1050°C ont montré que les précipités grossissaient parallèlement aux 3 plans $\{100\}$, conduisant à des particules de γ' grossières. Un autre alliage monocristallin $\langle 111 \rangle$ montre les mêmes caractéristiques lors du fluage à haute température (71).

V.2.3. ORIENTATION $\langle 110 \rangle$

Lors d'une sollicitation en tension le long d'une direction $\langle 011 \rangle$ sur de l'UDIMET 700 (60), les précipités γ' se présentent sous forme de parallélépipèdes alignés parallèlement à une direction $[100]$ (Fig. V.10).

Des coupes transversales (011) et longitudinales identiques à celles de la figure V.10 ont été examinées par MEB sur 3 états de déformation (Fig. V.11).

Trois systèmes de plaquettes apparaissent :

- deux familles de normales $\langle 001 \rangle$ et $\langle 010 \rangle$, la première étant plus marquée,
- une troisième famille de normale $\langle 011 \rangle$ qui est en fait une combinaison des 2 précédentes.

La figure V.12 explicite la configuration des plaquettes. Les deux familles les plus denses sont inclinées de 45° par rapport à l'axe de la contrainte.

V.3. ETUDE DES MECANISMES DE DEFORMATION PAR MET

V.3.1. AM1 $\langle 001 \rangle$, $\varepsilon_f = 0,2\%$ (Fig. V.13)

Nous avons vu qu'à ce stade du fluage, la structure commençait à coalescer (Fig. VI.6). On observe aux interfaces γ/γ' des réseaux très irréguliers par rapport à ceux qui se forment à 1050°C sous 140 MPa. Une étude statistique de certaines régions de la lame a permis de définir les vecteurs de Burgers des dislocations le plus souvent présentes. On constate qu'une

forte densité de dislocations glissiles $b = \pm \frac{a}{2} [\bar{1}01]$ et de $b = \pm \frac{a}{2} [0\bar{1}1]$ est présente et que ces dislocations réagissent pour constituer de longs segments de $b = \pm \frac{a}{2} [..0]$ mais sans pour autant créer des réseaux statiques systématiques et réguliers comme en fluage à 1050°C.

V.3.2. AM1 <111>, $\varepsilon_f = 0,12\%$ (Fig. V.14)

Les lames minces ont été prélevées selon l'orientation <100> qui seule permet de distinguer rapidement entre glissement cubique, c'est à dire dans des plans parallèles ou normaux au plan de projection et glissement octaédrique dont les traces sur les faces du cube sont à 45° des axes <100>.

La densité de dislocations ne semble pas très importante et une analyse de leurs vecteurs de Burgers a montré qu'il en existait principalement de deux types : $b = \pm \frac{a}{2} [\bar{1}10]$ et $b = \pm \frac{a}{2} [011]$. D'après l'analyse de leur trace, ces dislocations glissent respectivement dans les plans $(\bar{1}\bar{1}1)$ et $(1\bar{1}1)$.

On s'attendrait à trouver du glissement dans les plans cubiques pour une sollicitation en tension le long de l'axe <111>. En effet, le facteur de Schmid est de 0,47 pour le système de glissement [110] (001) alors qu'il est égal à 0,275 seulement pour un glissement dans les plans {111} (Fig. V.5).

Le glissement cubique a effectivement été observé lors d'essais de traction à 950°C sur de l'AM1 <111> (68, 71) ainsi que sur un superalliage base nickel monocristallin : le RENE N4 à 980°C (72). De même, d'autres études à température ambiante sur Ni₃Al monocristallin <111> ont montré que le glissement dévié répété d'un plan {111} à un type de plan {100} était responsable du durcissement observé pour cette orientation (73, 74).

Il faut cependant noter que le glissement cubique a été uniquement mis en évidence lors d'essais de traction jusqu'à présent, donc pour des vitesses de déformation relativement élevées ($\geq 10^{-4} \text{s}^{-1}$) par rapport à celles d'un essai de fluage classique qui sont de l'ordre de 10^{-7}s^{-1} .

De plus, les contraintes atteintes en traction sont plus importantes (> 400 MPa) que les contraintes appliquées pendant un essai de fluage. Nos observations émanent d'une étude sur un état très peu déformé sous une contrainte de 240 MPa et pour une vitesse de fluage faible.

Nous allons maintenant voir si la vitesse de déformation et la contrainte jouent effectivement un rôle important en étudiant une lame déformée de 0,37% au bout de 2 mn de fluage seulement sur de l'AM1 <111> à 950°C sous une contrainte relativement élevée : 350 MPa.

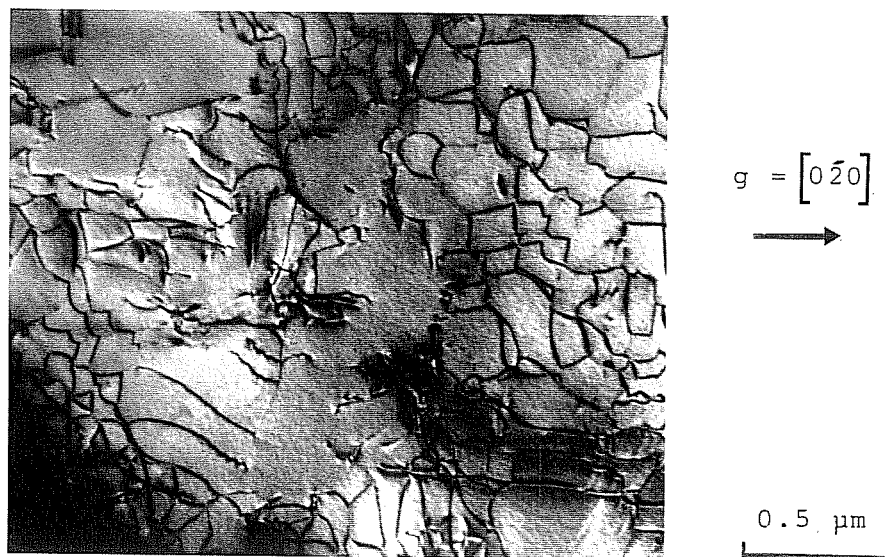


Figure V.13 : Structures de dislocations dans l'AM1 [001] flué jusqu'à 0.2% de déformation à 950°C sous 240 MPa.

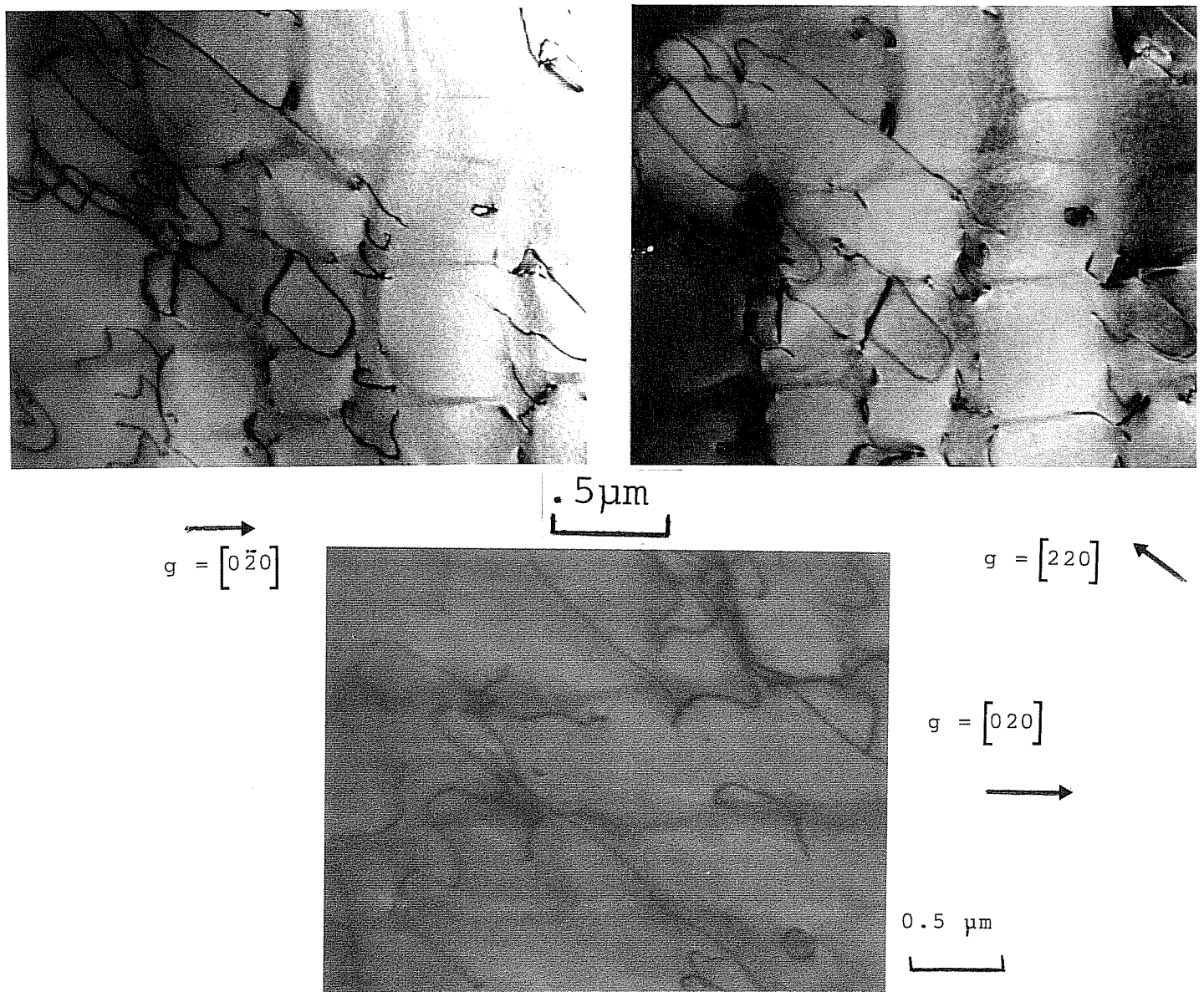


Figure V.14 : Glissement octaédrique dans l'AM1 $\langle 111 \rangle$ flué à 950°C sous 240 MPa - $\epsilon_f = 0.12\%$. Lames [100].

On constate qu'une assez dense population de dislocations de vecteurs de Burgers $\pm \frac{a}{2} [101]$ est présente dans la lame où elles sont hors contraste sur la figure V.15. Dans certains endroits (en A), on remarque la trace de glissement dévié répété. Trois autres types de dislocations apparaissent au cours des dépouillements dans diverses zones de la lame : $b = \pm \frac{1}{2} [\bar{1}01]$, $b = \pm \frac{1}{2} [\bar{1}10]$ et $b = \pm \frac{1}{2} [0\bar{1}\bar{1}]$. Elles sont toutes en position mixte et ont glissé dans des plans de type $\{111\}$.

On n'observe donc pas de glissement cubique bien que la vitesse de déformation soit relativement élevée ($1,67 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$).

Une récapitulation des systèmes de glissement identifiés dans les lames $\langle 100 \rangle$ d'AM1 flué à 950°C selon l'orientation $\langle 111 \rangle$ est schématisée sur la figure V.16 où la projection stéréographique standard selon le plan de projection $\langle 111 \rangle$ est dessinée. Plusieurs systèmes de glissement ont été observés expérimentalement :

Systèmes de glissement possibles	Systèmes observés
$[110] (\bar{1}11)$	très fréquent
$[110] (1\bar{1}1)$	non observé
$[011] (1\bar{1}1)$	peu fréquent
$[011] (11\bar{1})$	non observé
$[101] (\bar{1}11)$	très fréquent
$[101] (11\bar{1})$	non observé
Inattendus mais observés	$b = \frac{a}{2} [\bar{1}01]$ et $b = \frac{a}{2} [\bar{1}10]$

Pour une orientation $\langle 111 \rangle$, il existe dans les plans $\{111\}$ une très forte densité de dislocations glissiles non regroupées en réseaux, ce qui implique une vitesse de déformation plus élevée que pour les autres orientations. On observe même parfois des phénomènes de glissement dévié répété.

Sur l'état à rupture (Fig. V.17), on aperçoit des réseaux dans certaines interfaces (A) alors que de longues dislocations parallèles entre elles sont alignées dans d'autres interfaces γ/γ' . Aucune anisotropie des phases n'apparaît dans ces lames.

V.3.3. AM1 <011>

V.3.3.1. Etat peu déformé : $\varepsilon_f = 0,02\%$

Les micrographies de la figure V.18 représentent une lame <011> perpendiculaire à l'axe de la contrainte et intersectant donc les deux familles de plaquettes (à 45°). On remarque la présence de dislocations glissiles (en A sur la Fig. V.18 a) avec un très faible rayon de courbure en tête de configuration.

L'examen détaillé des contrastes sous différentes conditions de diffraction de la dislocation B montre que celle-ci passe respectivement du caractère mixte à 60° au caractère vis. En effet, le contraste résiduel témoin d'une dislocation mixte apparaît sur la figure V.18 c en M. De plus, les contrastes de cette partie de la dislocation sont plus appuyés sur les figures V.18 a et V.18 b. Parallèlement, la portion vis révèle un contraste très fin sur ces micrographies.

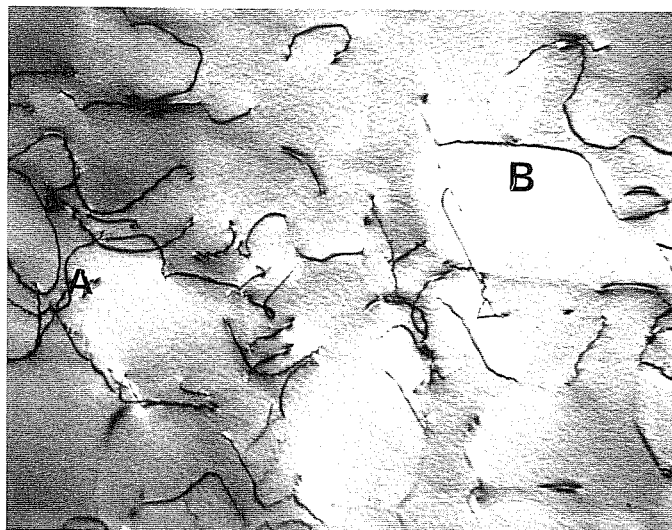
V.3.3.2. AM1 <011>, $\varepsilon_f = 0,1\%$ (219 h), lames <011>

Le même type de dislocations existe en B sur la micrographie a de la figure V.19 avec l'alternance vis-mixte. La plupart des dislocations ont un vecteur de Burgers de type $\pm \frac{1}{2} [110]$ et sont hors contraste sur la figure V.19 b. Quelques dislocations de type $\pm \frac{a}{2} [\bar{1}01]$ existent aussi.

Dans une autre région (Fig. V.20) des réseaux apparaissent dans les interfaces γ/γ' . Ils sont carrés et les vecteurs de Burgers ont été identifiés (schéma V.1). D'ailleurs, la micrographie a de la figure V.21 prouve bien que ces dislocations sont de type $\pm \frac{1}{2} [..0]$ étant donné qu'elles sont hors contraste pour $g = [002]$.

Ces dislocations sont donc apparues par glissement dans la matrice γ et leurs vecteurs de Burgers étant mutuellement perpendiculaires, elle ne peuvent former que des dislocations de type $\pm a [001]$ mais ces dernières sont très peu étendues car leur extention n'est pas énergétiquement favorable.

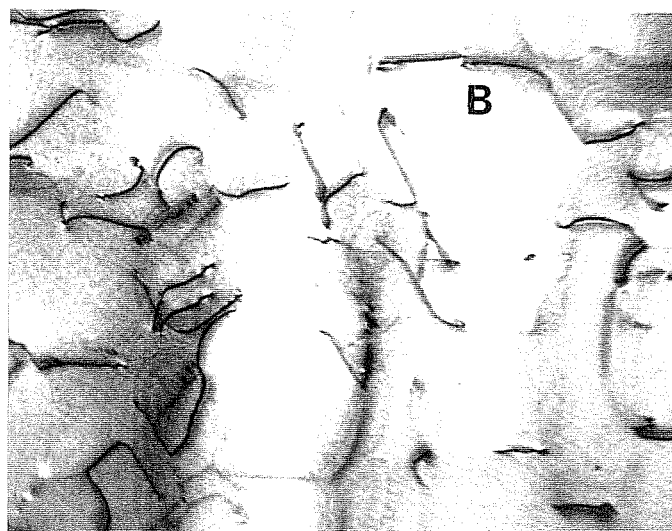
La figure V.22 résume les systèmes de glissement théoriquement activés pour une orientation parfaite en <011>. On constate effectivement que ces dislocations sont émises et glissent dans des plans de type $\{111\}$. Les autres dislocations $\pm \frac{1}{2} [\bar{1}01]$ sont aussi excitées pour une orientation parfaite mais



$$g = [\bar{2}00]$$



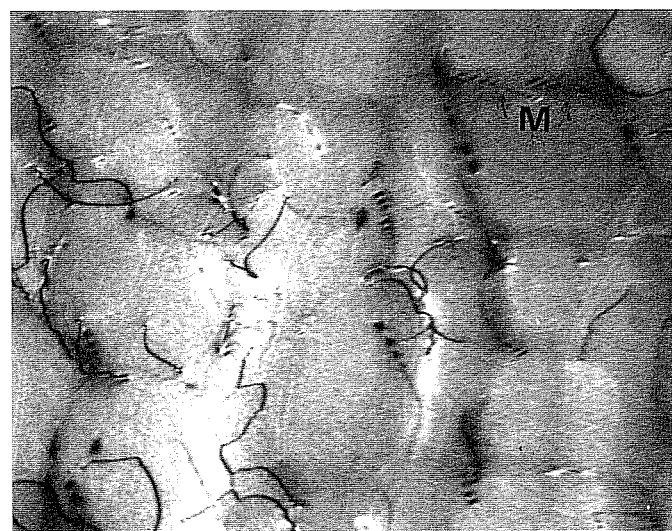
0.5 μm



$$g = [\bar{1}\bar{1}1]$$



0.5 μm



$$g = [\bar{1}1\bar{1}]$$



0.5 μm

Figure V.18 : Structures de dislocations dans l'AM1 $\langle 011 \rangle$ déformé de 0.02% en fluage à 950°C sous 240 MPa. Lamelle $\langle 011 \rangle$.

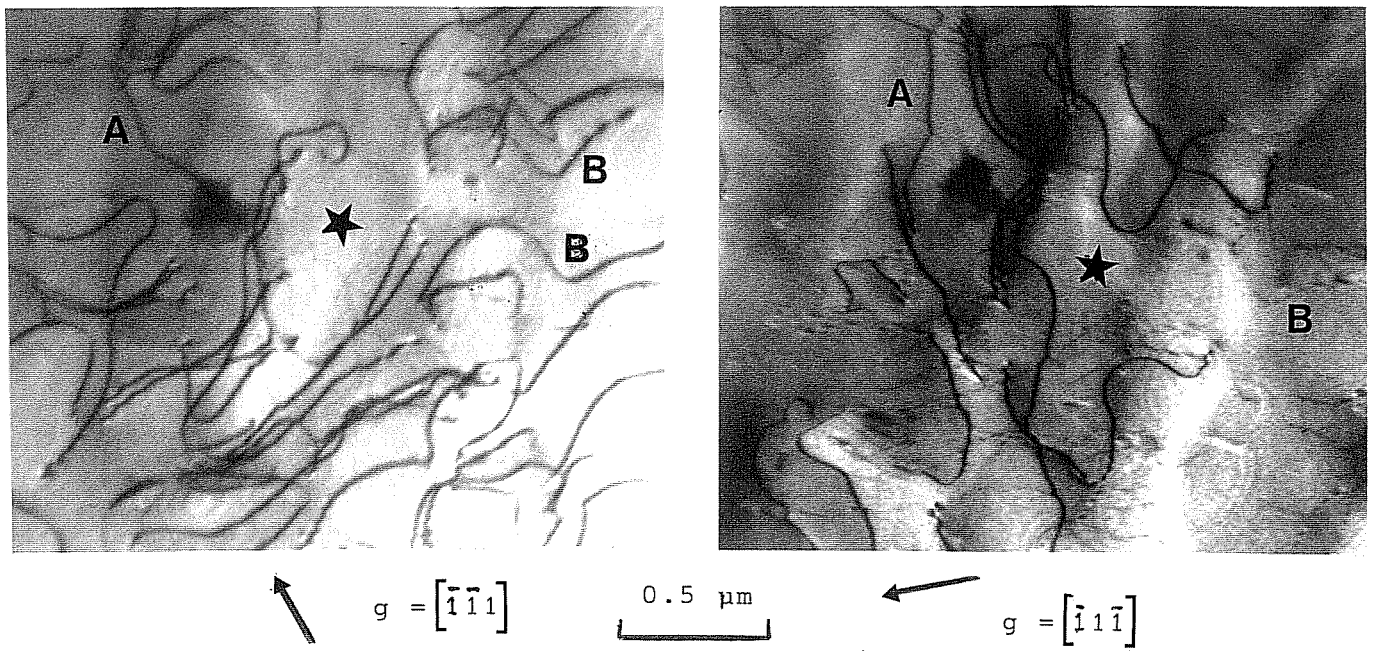


Figure V.19 : Structures de dislocations dans l'AM1 <011> déformé de 0.1% en fluage à 950°C sous 240 MPa. Lamme <011>.

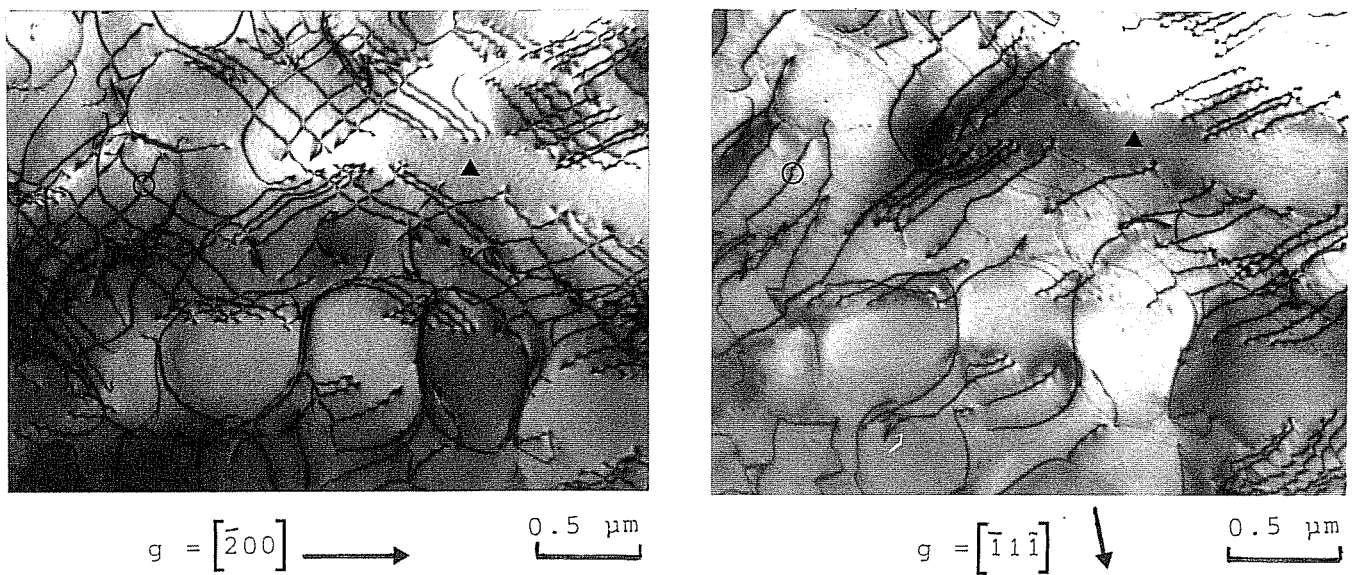


Figure V.20 : Réseaux de dislocations dans l'AM1 <011> déformé de 0.1% en fluage à 950°C sous 240 MPa. Lamme <011>.

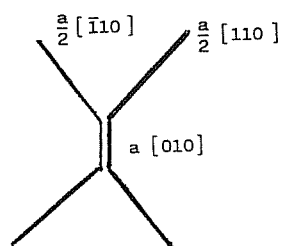
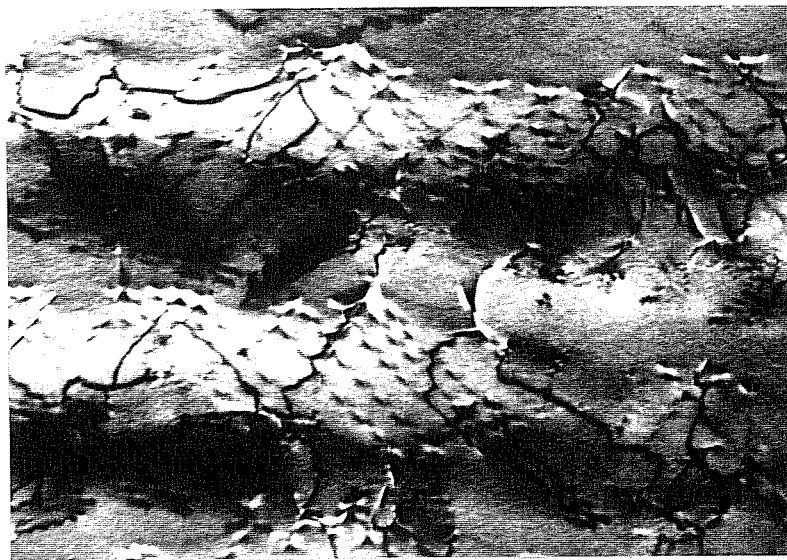
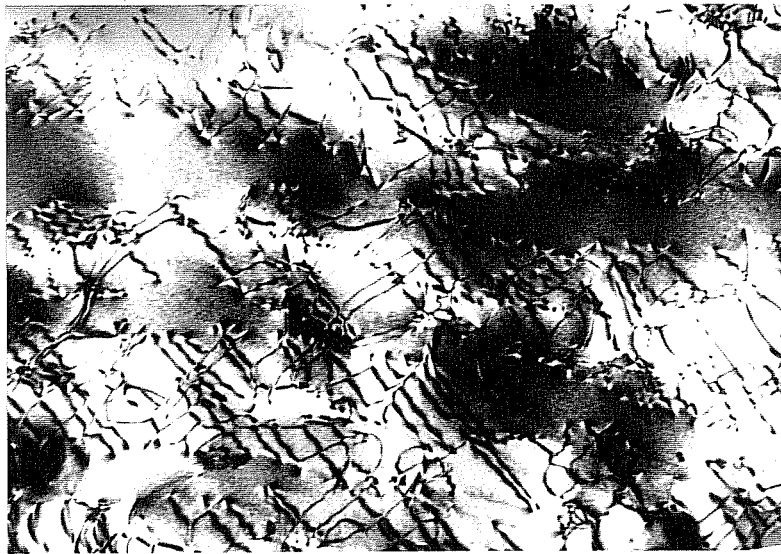


Schéma V.1 : Configuration des réseaux de dislocations de la figure V.20.



$$\uparrow \quad g = [002]$$

0.5 μm



$$\nearrow \quad g = [\bar{2}02]$$

0.5 μm

Figure V.21 : Monocristal AM1 $\langle 011 \rangle$ flué à 950°C sous 240 MPa ($\varepsilon_f = 0.1\%$). Dislocations ayant un vecteur de Burgers de type $\frac{a}{2} [\bar{1}10]$ dans une lame proche de $\langle 011 \rangle$.

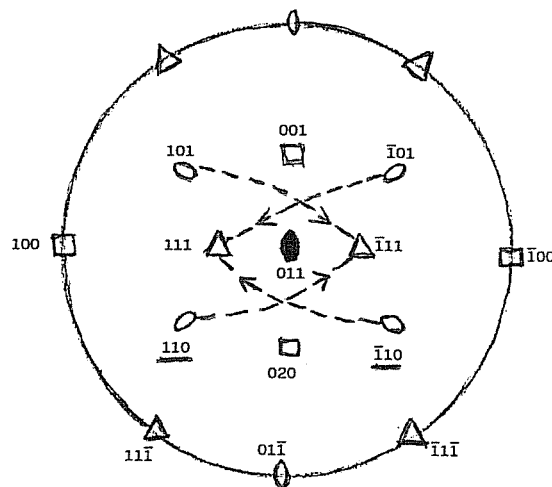


Figure V.22 : Systèmes de glissement de type $\{111\} \langle 110 \rangle$ théoriquement activés pour une orientation parfaite en $\langle 011 \rangle$. Les systèmes soulignés correspondent à ceux observés lorsque l'éprouvette est légèrement désorientée vers $[010]$.

dans le cas présent, la désorientation de l'éprouvette privilégie plutôt les autres systèmes. Nous avons cependant rencontré quelques dislocations de ce type dans la figure V.19 b. Dans les éprouvettes d'orientation $\langle 001 \rangle$, les réseaux constitués par ces mêmes dislocations existent aussi mais ils sont apparus par recombinaison à partir des dislocations $\pm \frac{a}{2} [\dots 1]$ à 60° les unes des autres.

Une autre différence vient du fait que le glissement dévié dans les plans de type $\{111\}$ de la matrice est impossible dans le cas d'une sollicitation le long de $\langle 011 \rangle$ comme l'indique le schéma V.2.

En effet, prenons le cas d'une dislocation de $b = \frac{a}{2} [110]$. Nous avons déterminé précédemment qu'elle glissait dans le plan $(\bar{1}11)$. Elle pourrait dévier dans le plan adjacent $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$; or, ce plan étant vertical dans la configuration avec l'axe de la contrainte le long de la direction $\langle 011 \rangle$, la dislocation ne pourra pas dévier dans ce plan où aucun système de glissement n'est actif.

Donc, les réseaux se formant aux interfaces γ/γ' sont constitués par des dislocations qui ont glissé simplement sans possibilité de dévier dans un second plan $\{111\}$.

V.4. INTERPRETATION DES RESULTATS

En $\langle 001 \rangle$, les dislocations glissiles $\pm \frac{1}{2} [\dots 1]$ se déplacent donc par glissement dévié répété dans les couloirs horizontaux de la matrice mais ne constituent pas, comme en fluage à 1050°C des "réseaux parfaitement statiques" dans les interfaces γ/γ' . Elles se recombinent parfois pour former un seul type de "dislocation statique". La vitesse de fluage croît donc légèrement tout au long de l'essai et il n'existe pas de fluage secondaire à proprement parler.

Néanmoins, les plaquettes perpendiculaires à l'axe de la contrainte offrent à l'alliage une résistance au fluage et la durée de vie est importante.

En $\langle 111 \rangle$, il n'existe qu'une coalescence globalement isotrope mais offrant toutefois une morphologie à trois variants le long des axes $\langle 100 \rangle$ qui parvient à limiter le trajet des dislocations et permet d'atteindre un temps à rupture important. Pourtant, le nombre de systèmes activés est important et

les dislocations glissent dans les plans octaédriques de la matrice. La vitesse de fluage croît pour cette orientation continûment au cours de l'essai mais de manière plus marquée qu'en $\langle 001 \rangle$ car il n'apparaît pas de "réseaux statiques" aux interfaces γ/γ' .

En $\langle 011 \rangle$, deux systèmes de plaquettes apparaissent à 45° de l'axe de la contrainte ($\langle 001 \rangle$ et $\langle 010 \rangle$). Les dislocations glissent dans des plans $\{111\}$ sans déviation possible et forment des réseaux carrés dans les interfaces γ/γ' .

Cette absence de glissement dévié occasionne un blocage précoce des dislocations sur les interfaces γ/γ' $\langle 001 \rangle$ ou $\langle 010 \rangle$ car leur trajet est plus court en glissement simple. Ceci explique vraisemblablement la période d'incubation qui existe pendant une large fraction de la durée de vie du matériau. Ces dislocations ne peuvent s'échapper que par montée le long de ces faces des précipités γ' .

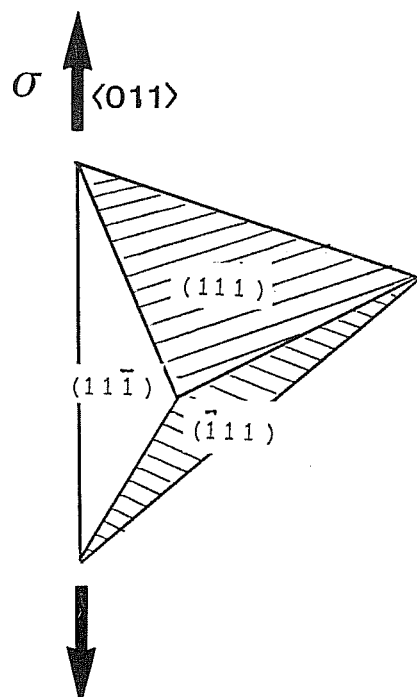
La force de montée s'exerçant sur une dislocation de type $b = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ varie selon l'orientation cristallographique de la contrainte.

	$\langle 111 \rangle$	$\langle 001 \rangle$	$\langle 011 \rangle$
Force de montée	0,667	0,5	0,25

La très faible valeur observée pour l'orientation $\langle 011 \rangle$ explique également le fluage stationnaire où la vitesse de déformation régie par la vitesse de montée des dislocations est pratiquement nulle.

Ces résultats permettent de même d'interpréter la vitesse de fluage secondaire inférieure en $\langle 001 \rangle$ par rapport à $\langle 111 \rangle$ étant donné que pour cette dernière orientation, la force de montée est plus importante.

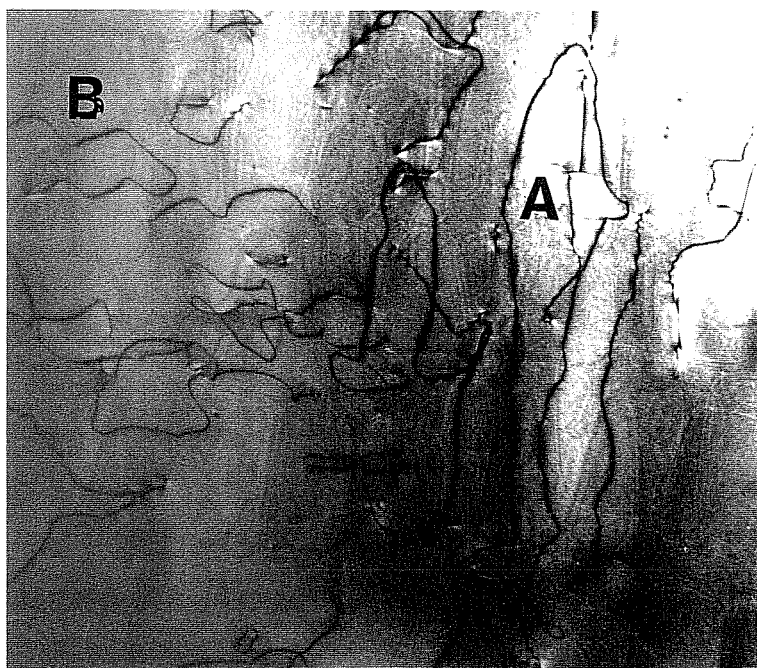
Toutefois, il convient de rester prudent quant à l'absence de glissement dévié lors d'une sollicitation le long de l'axe $\langle 011 \rangle$. En effet, un examen plus approfondi d'une lame $\langle 011 \rangle$ extraite de l'éprouvette déformée à 0,02% (Fig. V.23) montre qu'en réalité la situation est beaucoup plus complexe. En effet, les dislocations A qui s'alignent dans des plans de type $\{220\}$ possèdent un vecteur de Burgers $\pm \frac{a}{2} [0\bar{1}1]$ et seraient théoriquement inactivées par la contrainte appliquée. Force est de constater que le critère de Schmid n'est donc pas toujours vérifié.



Plans hachurés (111) et $(\bar{1}\bar{1}1)$: actifs

Plan $(11\bar{1})$ et plan $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ dans le plan de la feuille : "inactivables".

Schéma V.2 : Visualisation des plans actifs au cours du fluage selon l'orientation $\langle 011 \rangle$.



$$g = [\bar{1}\bar{1}1]$$



Figure V.23 : Configuration de dislocations dans l'AM1 $\langle 011 \rangle$ déformé de 0.02% en fluage à 950°C sous 240 MPa.

- en A : dislocations $b = 1/2 [0\bar{1}1]$
- en B : glissement dévié répété.

De plus, on distingue en B un évènement de glissement dévié alors qu'il semblait interdit aux dislocations pour ce type d'orientation. Il semblerait donc que le critère de Schmid, s'il s'applique relativement bien à un alliage de faible fraction volumique de γ' ne soit plus applicable aux très fortes fractions volumiques. Les modules des deux phases sont différents et la contrainte que ressent localement une dislocation se déplaçant dans la matrice γ est sûrement différente, en intensité et en direction, de la contrainte macroscopique appliquée à l'échantillon.

V.5. CONCLUSIONS

Dans l'alliage AM1, il semblerait donc que la loi de Schmid ne soit pas satisfaisante pour rendre compte des systèmes de glissement activés. En effet, en $\langle 111 \rangle$, on n'observe pas de glissement cubique et pour l'orientation $\langle 011 \rangle$ nous venons de constater l'existence de dislocations théoriquement non activées.

Les vitesses de fluage secondaire sont directement liées à la force de montée s'exerçant sur les dislocations et augmentent lorsque la contrainte est appliquée le long des axes $\langle 011 \rangle$, $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$.

Par contre, les durées de vie de cet alliage sont pratiquement identiques quelle que soit l'orientation cristallographique du matériau. Néanmoins une faible désorientation par rapport à l'axe $\langle 111 \rangle$ diminue le temps à rupture d'un facteur 2.

Ce résultat permet de mettre en évidence le rôle de la phase γ' . En effet, nous avons vu que même pour un grossissement isotrope des précipités mais présentant une morphologie à 3 variants en orientation $\langle 111 \rangle$, la coalescence permet de durcir le matériau car elle offre un obstacle au cheminement des dislocations dans la matrice γ . Elles ont dans ce cas trois possibilités de déviation dans des couloirs de matrice plus étroits. Lorsque l'axe de l'éprouvette s'écarte de l'orientation parfaite, une coalescence le long des axes $\langle 100 \rangle$ est privilégiée et les dislocations s'y confinent préférentiellement. La vitesse de fluage est importante et les dislocations glissiles ne se réarrangeant pas en réseaux; elle seront activées et la rupture interviendra plus rapidement.

Une structure coalescée à plusieurs variants offre donc une résistance accrue à la propagation de la déformation.

CHAPITRE VI

ROLE DE LA CONTRAINTE ET DE LA
TEMPERATURE DANS LE COMPORTEMENT
EN FLUAGE DES MONOCRISTAUX DE
SUPERALLIAGES BASE NICKEL VERS 1000 °C

VI. R O L E D E L A C O N T R A I N T E E T D E L A T E M - P E R A T U R E D A N S L E C O M P O R T E M E N T E N F L U A G E D E S M O N O C R I S T A U X D E S U P E R - A L L I A G E S B A S E N I C K E L V E R S 1 0 0 0 ° C

Dans les chapitres précédents, les effets de plusieurs paramètres sur le fluage de ces matériaux ont été passés en revue à 950°C ou à 1050°C. Il convient maintenant de s'intéresser au rôle d'un autre facteur important : la contrainte.

En effet, la caractérisation des alliages en fluage s'effectue habituellement sous des contraintes moyennes conduisant à des temps à rupture typiquement de l'ordre de 350h. Les vitesses de déformation associées restent très faibles durant le stade secondaire qui représente les deux tiers de la durée de vie. Or, un spectre de charge réel sur une aube de turbine peut devenir beaucoup plus sévère qu'une contrainte de fluage tension constante. En effet, en service, une surcharge peut se produire et les vitesses de déformation atteintes dans ce cas augmentent de façon dramatique et le comportement du matériau en sera bien entendu totalement modifié.

De même, nous constaterons au cours de ce chapitre que dans le domaine 850°C-1100°C il existe une température -950°C- pour laquelle les paramètres contrôlant le fluage ne sont pas rigoureusement les mêmes qu'à 1050°C. En effet, à cette température déjà très élevée, s'associent des contraintes encore importantes et il va sans dire que l'influence des deux paramètres va se faire sentir sur le comportement du matériau. Les résultats seront comparés à ceux obtenus à 1050°C lors du fluage sous des charges plus faibles où l'effet de la température reste le phénomène prédominant.

VI.1. APPROCHE MACROSCOPIQUE

VI.1.1. COURBES DE FLUAGE

A 950°C, lorsque la contrainte augmente, d'une part le temps à rupture diminue, d'autre part la durée du stade secondaire est écourtée voire réduite à quelques heures seulement pour des contraintes très importantes (Fig. VI.1 a). En effet, sous une contrainte de 240 MPa, cette étape du fluage

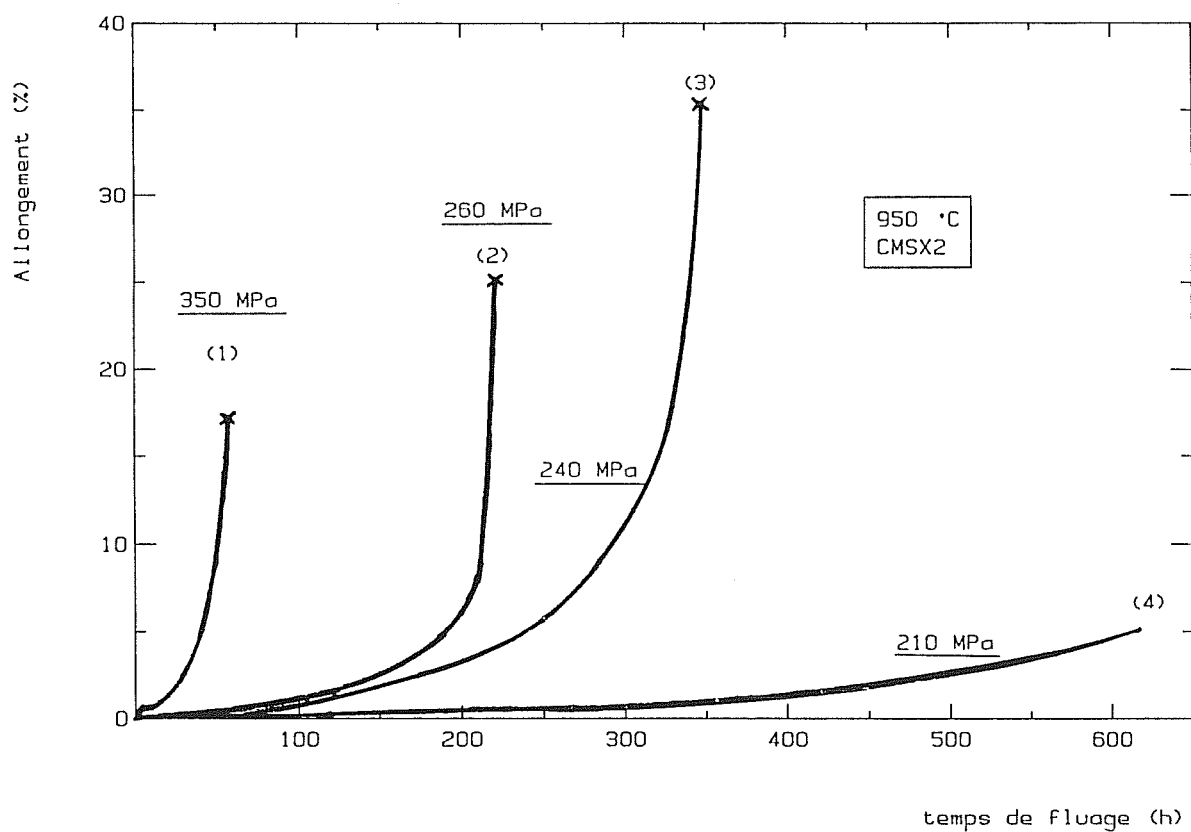


Figure VI.1 : Courbes de fluage rupture du CMSX2 à 950°C. La courbe (4) représente un essai interrompu sous 210 MPa après 5% de déformation.

Alliage	T (°C)	σ (MPa)	$t_{1\%}$ (h)	t_R (h)	ϵ_R (%)	t_{111} (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (s ⁻¹)
CMSX-2	950	210	350	> 800*	-	290	$5,56 \cdot 10^{-9}$
	950	240	105	345	35	100	$2,78 \cdot 10^{-8}$
	950	260	100	220	25	75	$3,3 \cdot 10^{-8}$
	950	350	18	57	17	15	$8,33 \cdot 10^{-8}$
221 (6)	1050	140	250	330	22	200	$0,3 \cdot 10^{-8}$
	1050	180	42	84	21,5	30	$5,2 \cdot 10^{-8}$
AM1 (66)	950	240	164	471	-	-	-
	950	280	83	260	-	-	-
	950	300	55	163	-	-	-
	950	340	19	58	-	-	-

* Valeur obtenue par extrapolation sur un diagramme de LARSON-MILLER (75)

Tableau VI.1 : Résultats d'essais de fluage à haute température sur des monocristaux d'orientation <001> pour trois alliages.

représente plus de la moitié de la durée de vie mais un sixième seulement sous 350 MPa. A la lecture du tableau VI.1, où sont rassemblées les données de fluage, plusieurs remarques s'imposent :

- pour une contrainte de 210 MPa, les temps à 1% de déformation ($t_{1\%}$) et à rupture (t_r) sont multipliés respectivement par un facteur 3 et 2 par rapport aux résultats obtenus sous 240 MPa,
- par contre, si la valeur de la charge augmente (260 MPa), $t_{1\%}$ n'est pas du tout modifié et on ne perd qu'un tiers de la durée de vie par rapport à 240 MPa. D'ailleurs, les vitesses de fluage secondaire sont pratiquement identiques dans les deux cas,
- t_{III} , le temps au bout duquel s'installe le régime de fluage tertiaire (où $\dot{\epsilon}_f$ croît) ne varie pas sensiblement lors d'une augmentation de la contrainte par rapport à 240 MPa mais devient 3 fois plus important sous 210 MPa.

Evidemment, sous 350 MPa, le stade tertiaire s'installe après 15h seulement de fluage, ce qui explique le temps à rupture très faible.

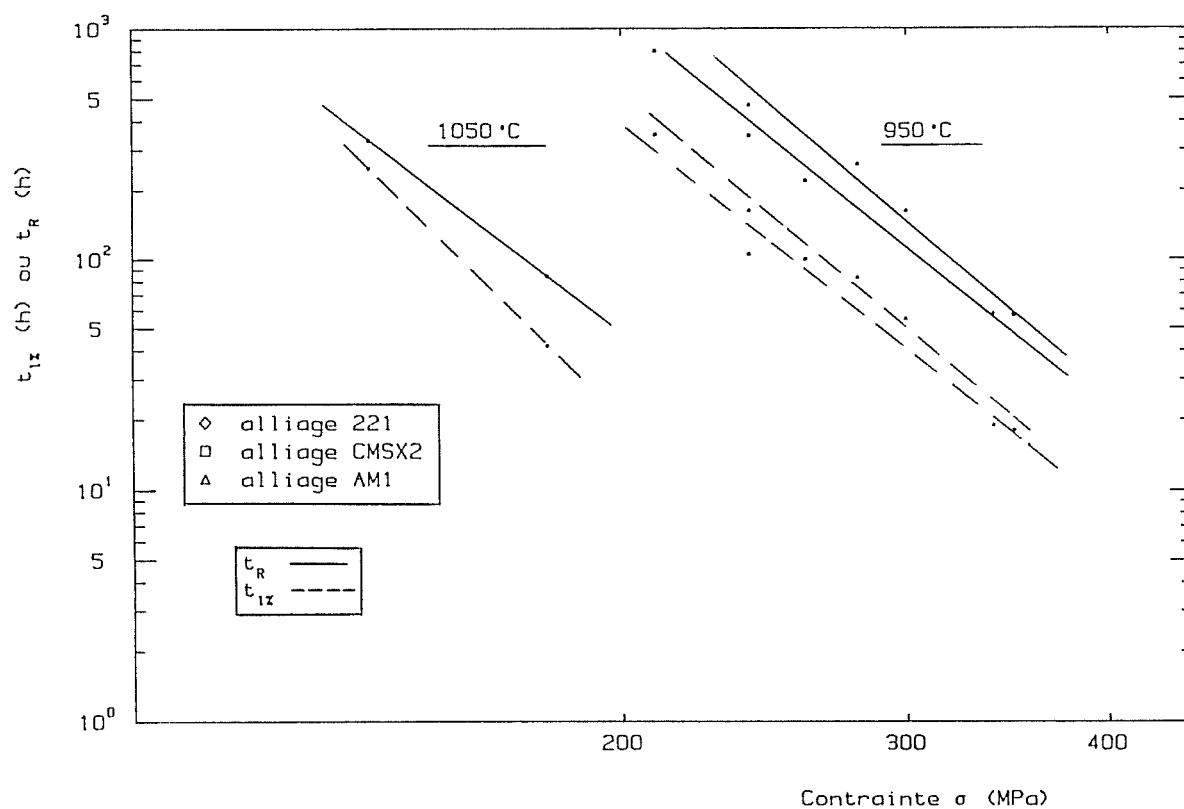
Des résultats concernant l'alliage 221 flué à 1050°C (6) ont été ajoutés dans le tableau VI.1. A cette température, il peut paraître intéressant de choisir une contrainte de référence de 140 MPa pour laquelle la durée de vie est du même ordre qu'à 950°C sous 240 MPa pour le CMSX-2 ($t_r \simeq 350h$). Ainsi, on constate que le temps pour atteindre 1% de déformation est beaucoup plus élevé à 1050°C, la vitesse de fluage secondaire est très nettement réduite et le fluage tertiaire s'installe beaucoup plus tardivement et brusquement.

Trois points essentiels ressortent de cette comparaison :

- A 1050°C, la déformation primaire est inférieure.
- Le stade secondaire où $\dot{\epsilon}_s$ est très faible occupe une grande partie du fluage à cette température.
- Le stade tertiaire est par contre très court et conduit à un allongement à rupture de l'ordre de 20%.

A 950°C, la ductilité peut atteindre parfois 50%. Ce mécanisme peut sans doute s'expliquer par le fait qu'à 1050°C, la structure en radeaux, plus résistante au fluage, apparaît plus tôt et entrave ainsi la propagation des dislocations de déformation de fluage. Nous étudierons par la suite les morphologies de coalescence aux deux températures afin de détailler ce modèle. Les mêmes phénomènes se retrouvent dans le comportement d'un superalliage base nickel monocristallin (Ni-Mo-Al-Ta) où la transition au stade tertiaire

a



b

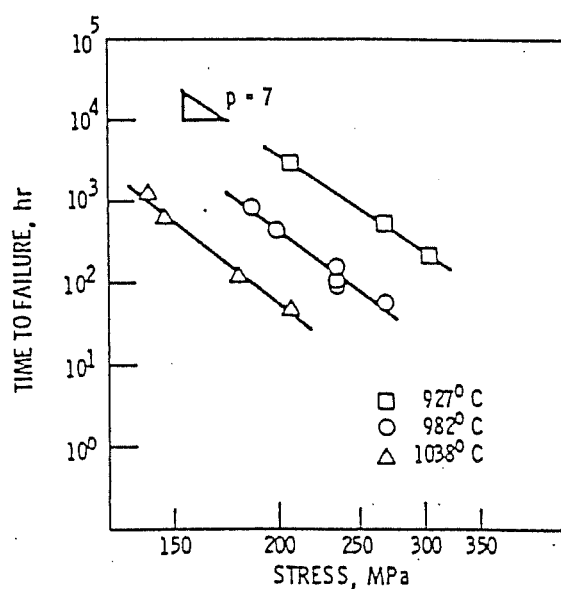


Figure VI.2 : Variations du temps à rupture (t_r) et du temps à 1% de déformation ($t_{1\%}$) en fonction de la contrainte appliquée σ pour différents alliages :

- a) 221 à 1050°C , CMSX2 et AM1 à 950°C
- b) Ni-Al-Mo-Ta à 927°C , 982°C et 1038°C (76).

s'effectue graduellement à 927°C et brutalement à 1038°C (75). Il semble donc évident qu'il existe une température charnière autour de laquelle prennent place deux comportements différents.

L'effet de la contrainte à haute température se fait par contre plus ressentir car une augmentation de 40 MPa suffit pour multiplier la vitesse de fluage secondaire par un facteur 10.

VI.1.2. ETUDE DE LA SENSIBILITE A LA CONTRAINTE POUR LES DIFFERENTS ALLIAGES

Plusieurs effets se dégagent des courbes de la figure VI.2 a qui représentent la sensibilité à la contrainte de différents alliages pour le temps à 1% de déformation et le temps à rupture :

- d'une part, celui de la fraction volumique de la phase durcissante γ' , $f_v(\gamma')$, sur le fluage à 950°C. Les courbes présentent pratiquement la même pente témoignant d'un effet identique de la contrainte quel que soit l'alliage. Notons toutefois que l'alliage possédant une fraction volumique $f_v(\gamma')$ la plus élevée, en l'occurrence l'alliage AM1 (68) offre plus de résistance que le CMSX-2 lors du fluage à 950°C;

- d'autre part, aucune différence marquante de la température de l'essai n'apparaît à l'examen des courbes relatives à l'alliage 221 flué à 1050°C (6).

Finalement, quel que soit l'alliage considéré et quelle que soit la température, une relation unique relie ces paramètres à la contrainte appliquée. Ceci se confirme d'ailleurs sur un superalliage base nickel monocristallin (Fig. VI.2 b) flué sous trois températures différentes (76).

En fait, il est possible d'évaluer n_a l'exposant de contrainte apparent en exprimant la vitesse de déformation secondaire $\dot{\epsilon}_s$ par une fonction de la température, de la contrainte appliquée et d'une variable S caractéristique de la structure du matériau. L'influence des paramètres σ_a et T, S étant constant, est donc mise en évidence respectivement par n_a et Q_a l'énergie d'activation apparente.

Ainsi, $\dot{\epsilon}_s$ peut être décrite par l'équation phénoménologique suivante :

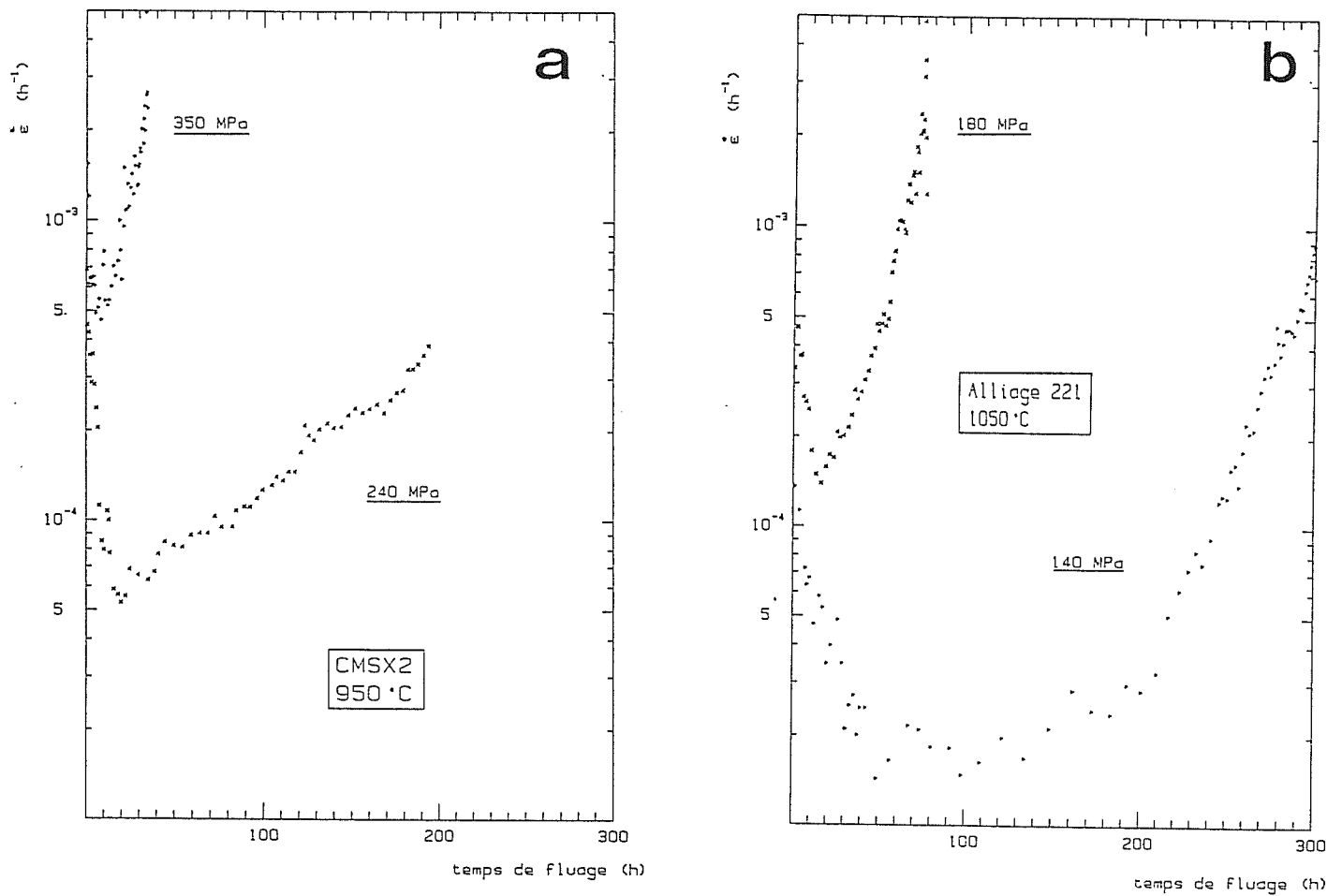


Figure VI.3 : Vitesses de fluage en fonction du temps pour :

- a) l'alliage CMSX2 à 950 °C sous 240 MPa et 350 MPa
- b) l'alliage 221 à 1050 °C sous 140 MPa et 180 MPa.

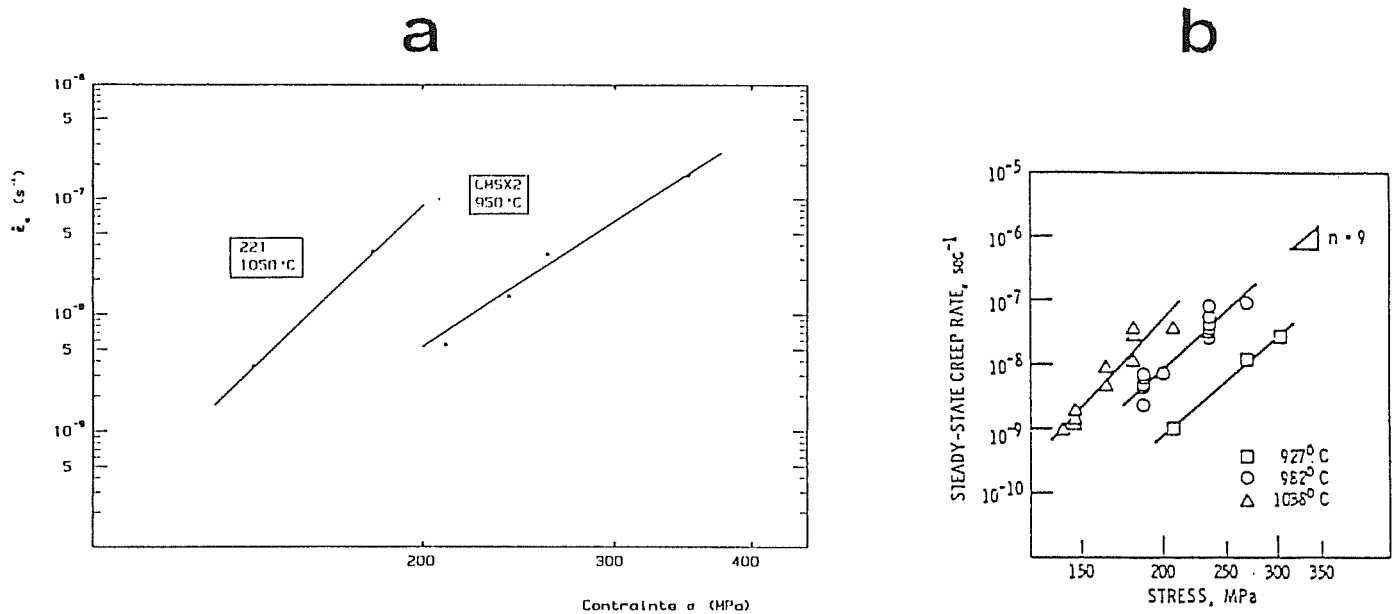


Figure VI.4 : Variation de $\dot{\epsilon}_s$ en fonction de la contrainte appliquée pour :

- a) les alliages 221 à 1050 °C et CMSX2 à 950 °C
- b) l'alliage Ni-Al-Mo-Ta à 927 °C , 982 °C et 1038 °C (76).

$$\dot{\epsilon}_s = A \left(\frac{\sigma_a}{E} \right)^{n_a} \cdot \exp \left(- \frac{Q_A}{RT} \right) \quad (1)$$

où A est une constante à une température donnée
 T est la température de l'essai en °K
 E est le module d'Young du matériau
 R est la constante des gaz parfaits.

La pente de la courbe $\dot{\epsilon}_s$ en fonction de σ_a dans un diagramme bilogarithmique nous donne donc une évaluation de n_a .

Dans le tableau VI.1, les valeurs de $\dot{\epsilon}_s$ ont été mentionnées pour les alliages 221 et CMSX-2.

Ces vitesses de fluage secondaire correspondent en fait à la valeur minimum déterminée sur les courbes $\dot{\epsilon}_f$ en fonction du temps (Fig. VI.3 a et b).

Ainsi, on constate que la pente des courbes de la figure VI.4 a, c'est-à-dire n_a vaut respectivement 9 à 950°C et 11 à 1050°C. n_a paraît augmenter légèrement avec la température; c'est d'ailleurs ce qui apparaît sur la figure VI.4 b pour un autre alliage où les pentes s'accroissent légèrement lorsque l'on passe d'une température de 927°C à 1038°C (76).

Cette représentation permet une comparaison facile des comportements des divers alliages de ce type dans ce domaine de température.

En réalité, on remplace σ_a par σ_e la contrainte effective telle que :

$$\sigma_e = \sigma_a - \sigma_i \quad (77) \quad (2)$$

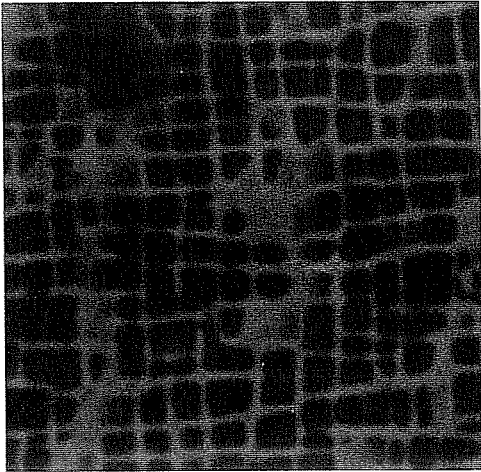
où σ_i est la contrainte interne

Il a été proposé (78) d'écrire σ_i sous la forme :

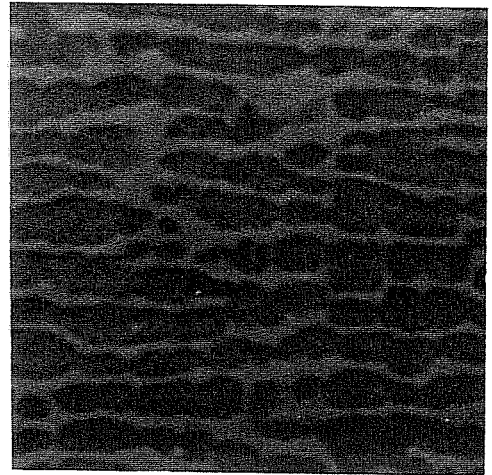
$$\sigma_i = \alpha \sigma_a + \sigma_c \quad (3)$$

$\alpha \sigma_a$ représente la composante due à la structure de dislocations. α est constant mais peut dépendre de σ_a et de T (78, 79). σ_c caractérise le renforcement du matériau par une seconde phase. Elle ne dépend pas de σ mais de la

a

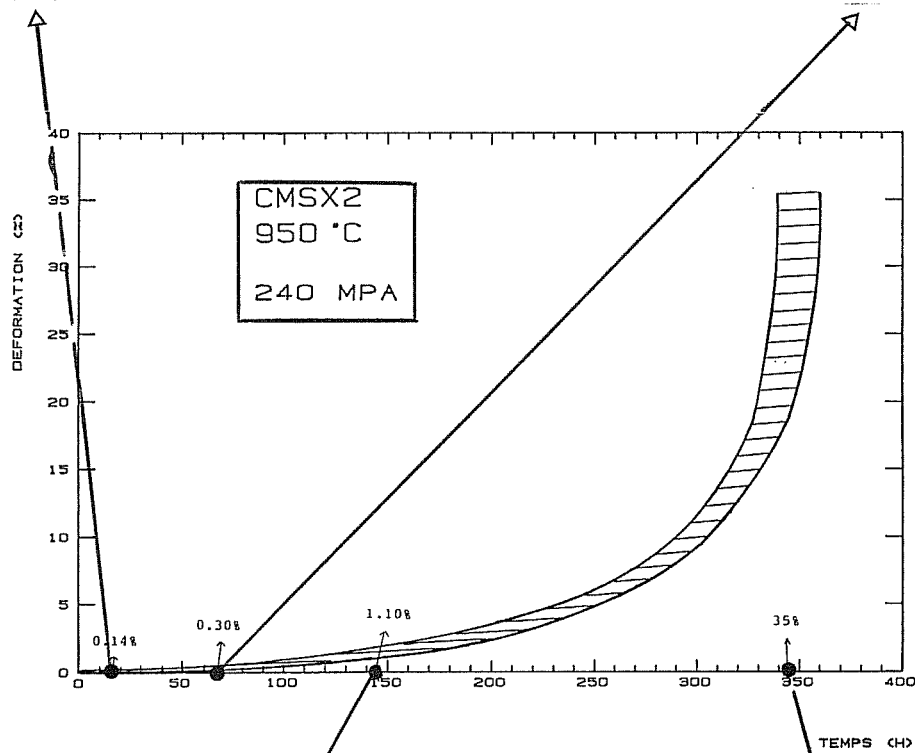


240MPa

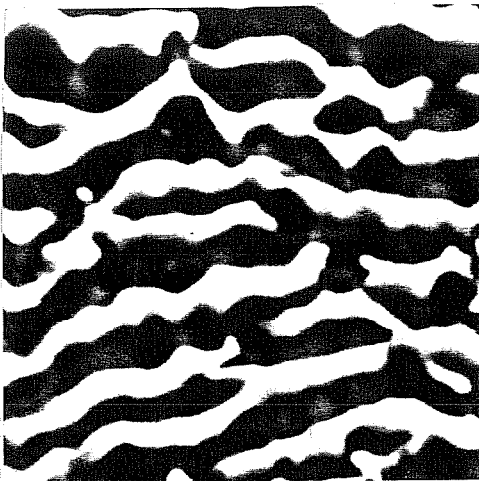


0.14% (15h)

0.3% (68h)

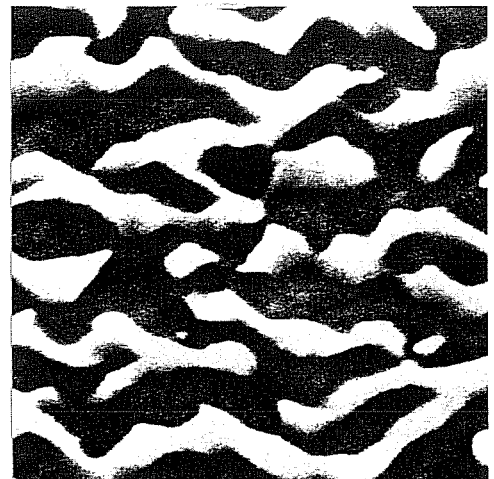


σ



1.1% (143h)

1 μ m



30% (345h)

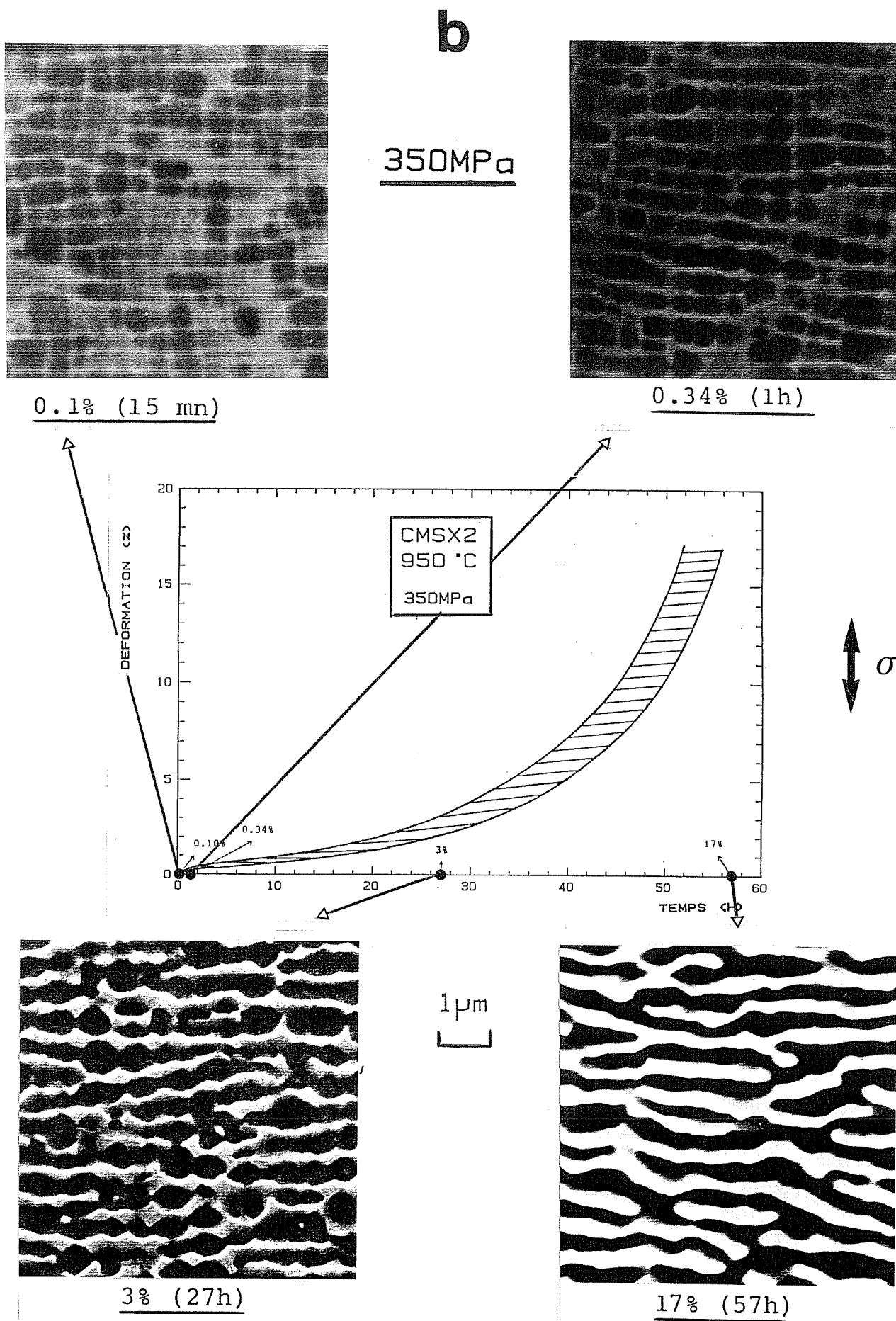


Figure VI.5 : Structures de coalescence au cours du fluage de l'alliage CMSX2 à 950°C sous 240 MPa (a) et 350 MPa (b).

température (80). Carry et Strudel (78) ont montré que la contrainte interne diminue lorsque la température augmente.

Dans cette étude, il faut remarquer que l'exposant de la contrainte apparent n_a est plus élevé lorsque la température augmente et ceci pour plusieurs alliages.

VI.2. APPROCHE MESOSCOPIQUE : ETUDE DE LA COALESCENCE ORIENTEE

Nous venons d'obtenir des renseignements sur le comportement global du matériau. Maintenant, nous allons affiner l'étude à l'échelle de sa micro-structure qui évolue au cours du fluage.

L'effet de la contrainte sur l'évolution de la morphologie de coalescence des deux phases est révélé sur les coupes longitudinales (100) d'éprouvettes fluées à 950°C à différents états de déformation et sous deux contraintes (Fig. VI..5). Nous serons amenés très souvent au cours de ce paragraphe à effectuer une comparaison avec les résultats sur l'alliage 221 (6) flué à 1050°C.

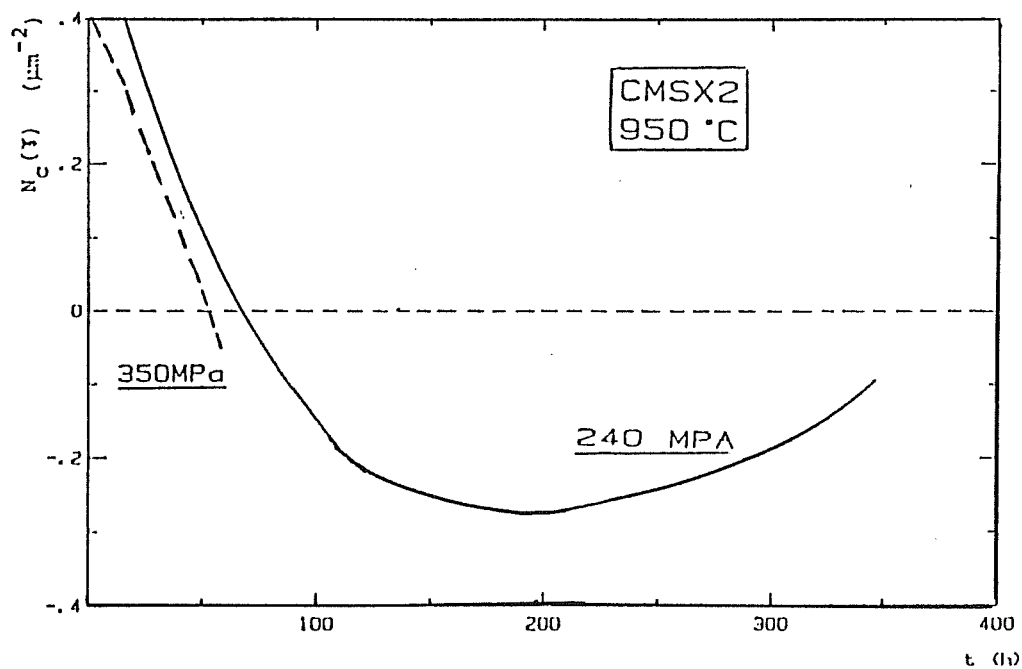
VI.2.1. MORPHOLOGIE DES PLAQUETTES

Sous 240 MPa, la coalescence débute à peine au bout de 15 heures de fluage. Par contre, après seulement 15 min de fluage sous forte charge, quelques murs de matrice verticaux ont déjà disparu, preuve d'un début de coalescence. Les plaquettes apparaissent sous 350 MPa au bout d'une heure de fluage mais ne présentent pas un degré de coalescence très important comme sous 240 MPa où l'anisotropie est très marquée. Donc, par une augmentation de la contrainte, la structure en radeaux se développe plus rapidement durant les premiers instants de fluage. Par contre, cette morphologie évolue peu à partir de la fin du stade primaire.

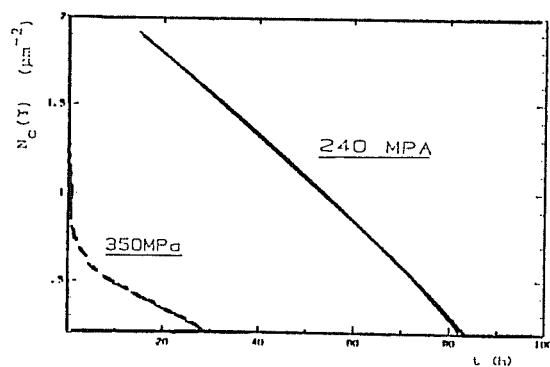
Sur les états à rupture, dans les deux cas, les plaquettes sont fortement morcelées. Cet effet peut être attribué à la déformation très importante en fin d'essai.

A 1050°C, il faut se souvenir que la morphologie de coalescence s'installe instantanément sous 140 MPa et que les plaquettes acquièrent un caractère beaucoup plus rectiligne au cours du fluage sauf dans le stade tertiaire évidemment.

a



b



c

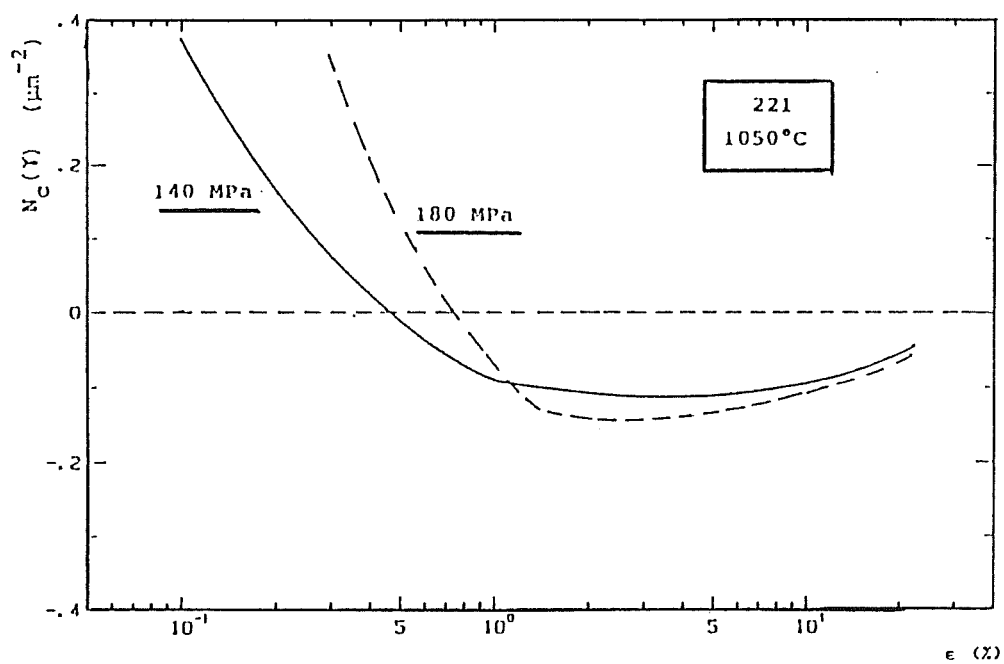


Figure VI.6 : Variation de $N_c(\gamma)$ au cours du fluage :

a) et b) en fonction du temps de fluage pour le CMSX2 à 950 °C

c) en fonction de la déformation de fluage pour l'alliage 221 à 1050 °C.

VI.2.2. EVOLUTION DU NOMBRE DE CONNEXITE DE γ : $N_c(\gamma)$

VI.2.2.1. Etude des différents stades du fluage

L'évolution de $N_c(\gamma)$ par unité de surface pour les contraintes de fluage de 240 MPa et 350 MPa et sur différents états de déformation apparaît sur la figure VI.6.

Le nombre de connexité de la matrice γ par unité de surface est égal en fait à la densité surfacique de particules de γ' dans le matériau dont la microstructure correspond à celle obtenue après traitements thermiques (Fig. VI.7). Les précipités γ' sont des cuboïdes d'arête comprise entre 0,3 μm et 0,5 μm . En moyenne, la valeur initiale de $N_c(\gamma)$ sera donc de l'ordre de 6 μm^{-2} .

Il apparaît alors clairement sur la figure VI.6.b que $N_c(\gamma)$ décroît très vite sous forte contrainte. Cette décroissance s'effectue plus doucement à partir approximativement du début du fluage secondaire jusqu'à la rupture où $N_c(\gamma)$ devient très légèrement négatif signifiant que la phase γ' commence à envelopper la matrice γ .

Sous 240 MPa, cette inversion se produit aux alentours de 75h de fluage et $N_c(\gamma)$ poursuit sa variation avec la même cinétique jusqu'à un minimum correspondant à un temps proche de t_{III} , début du stade tertiaire.

La ductilité très importante dans ce cas (35%) peut être attribuée à la nature fortement enveloppante de la phase γ' lors de l'apparition du fluage tertiaire. En effet, la déformation peut se propager dans tout le volume du matériau car les deux phases peuvent être cisailées simultanément. A. Fredholm (6) a montré que les zones où les plaquettes de γ' ont une courbure négative (cette phase devenant enveloppante) sont des sites favorables à l'émission de paires de dislocations dans cette même phase. La matrice γ , quant à elle, continue à être cisailée, donc les dislocations de fluage se propagent effectivement dans la totalité de l'alliage. Comme à t_{III} , la déformation n'atteint pas une valeur trop élevée ($\simeq 1\%$), le monocristal malgré tout peut encore résister un certain temps à l'augmentation importante de la déformation d'où une durée de vie et un allongement à la rupture importants. Cette possibilité ne s'offre pas sous 350 MPa étant donné que le nombre de connexité de γ n'a pas le temps de s'inverser au cours des 57h que dure l'essai à rupture.

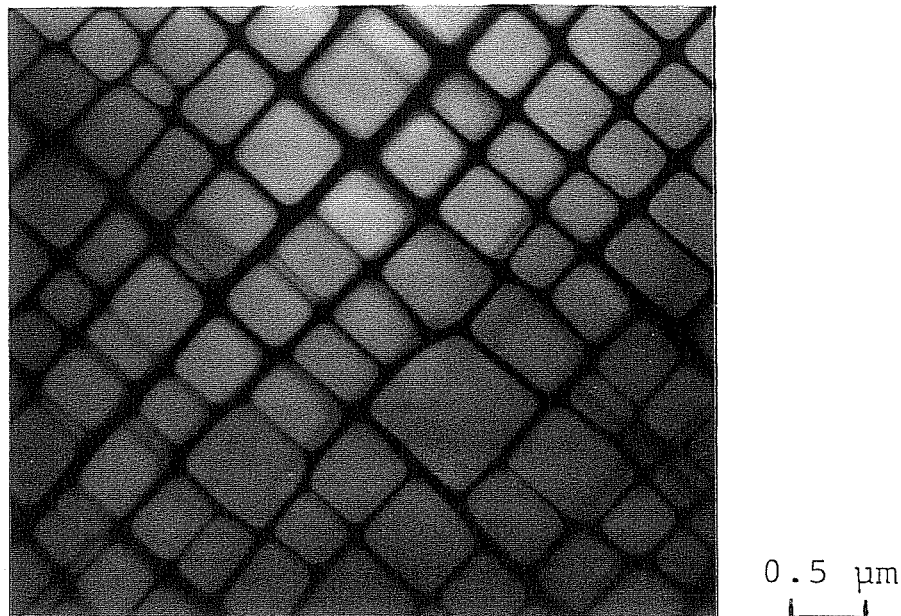


Figure VI.7 : Microstructure de l'alliage CMSX2 après les traitements thermiques suivants :

- remise en solution à 1315°C/3h, t.a.
- précipitation à 1050°C/16h, t.a.
- vieillissement à 870°C/16 h, t.a.

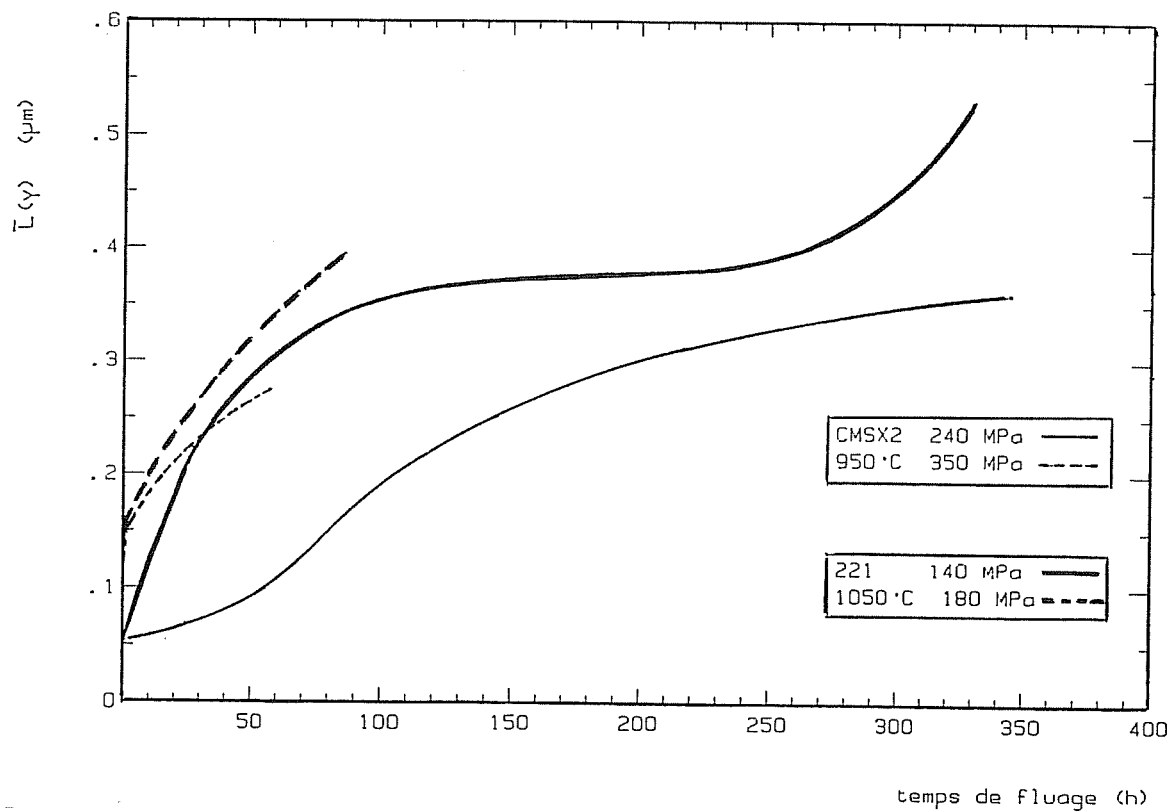


Figure VI.8 : Variations de l'épaisseur de la matrice γ en fonction du temps de fluage pour les alliages CMSX2 et 221 sous diverses contraintes.

VI.2.2.2. Examen global des courbes de $N_c(\gamma)$ en fonction du temps de fluage à 950°C et de la déformation de fluage à 1050°C

Lorsque $N_c(\gamma)$ est tracé en fonction du temps (Fig. VI.6 a), on constate que les courbes finalement ne sont pas vraiment différentes. Ce graphe montre qu'à 950°C, le temps donc la diffusion régit la vitesse de coalescence orientée et a posteriori l'évolution microstructurale du matériau. A l'inverse, la représentation de $N_c(\gamma)$ en fonction de la déformation de fluage à 1050°C pour l'alliage 221 (Fig. VI.6 c) nous amène à penser que l'évolution de la structure en radeaux est plutôt contrôlée par la déformation plastique. Les phénomènes de diffusion à cette température sont bien sûr prépondérants et ils produisent donc la déformation ainsi que les changements microstructuraux du matériau.

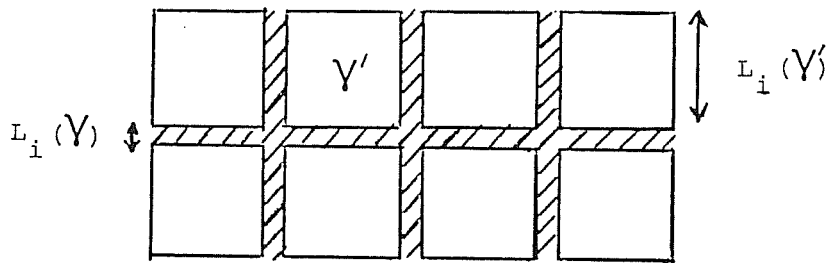
VI.2.3. ANALYSE QUANTITATIVE DE L'ÉPAISSISSEMENT DE LA MATRICE γ LE LONG D'UNE DIRECTION PARALLÈLE À L'AXE DE LA CONTRAINTE

L'évolution de ce paramètre $\bar{L}(\gamma)$ en fonction du temps de fluage (Fig. VI.8) laisse apparaître des différences selon la température considérée. Effectivement, à 1050°C en début de fluage, la vitesse d'épaississement est toujours élevée quelle que soit la contrainte appliquée. Elle reste du même ordre à 950°C sous forte contrainte mais diminue sous 240 MPa. Nous avons vu précédemment que dans ce dernier cas, par exemple, la déformation plastique enregistrée est supérieure pour un temps équivalent lors du fluage à 1050°C sous 140 MPa. Comme il semblait que l'épaississement de γ était directement lié à la déformation plastique de cette même phase, il faut tenter d'expliquer la cause réelle de cet épaississement et quels facteurs le régissent. Essayons d'imaginer un cas de coalescence dans un élément de volume défini (schéma VI.1) où des murs verticaux de matrice ont disparu au profit du couloir horizontal.

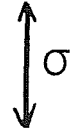
L'épaisseur finale du couloir horizontal sera donc égale à $2 L_i(\gamma)$. Ce mécanisme se déroule en fait uniquement par diffusion dans la matrice γ et de plus la déformation plastique associée y est nulle. Ce phénomène prend place vraisemblablement à 1050°C où $\bar{L}(\gamma)$ est élevée et ε_{p1} faible en début de fluage.

A 950°C, une autre configuration est à prendre en compte (schéma VI.2). Dans ce cas, il y a épaississement de γ , conséquence de glissement dans cette

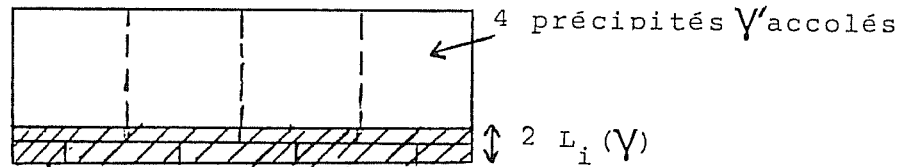
stade initial



Par le principe de conservation de la matière:



après fluage



contribution de 3 murs verticaux
 > mur de γ initial horizontal avec les
 intersections de couloirs

Schéma VI.1. Coalescence de γ' et épaissement de γ .

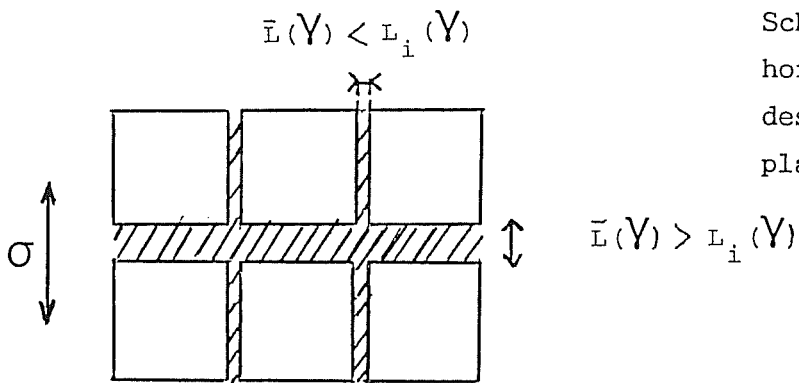
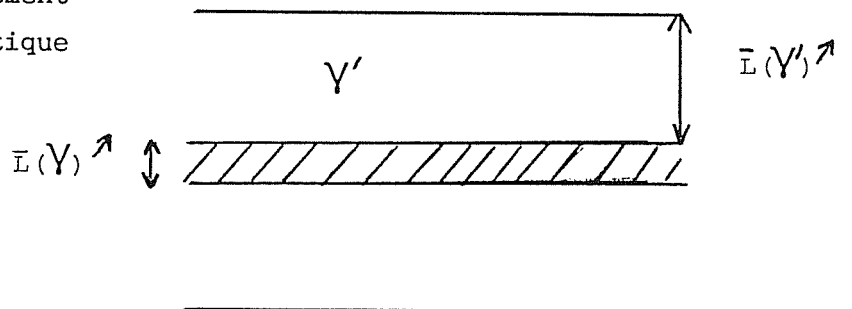


Schéma VI.2 : Epaissement des couloirs horizontaux de matrice γ et rétrécissement des couloirs verticaux avec déformation plastique.

Schéma VI.3 : Coalescence et épaissement des deux phases avec déformation plastique la matrice.



phase. La déformation plastique est donc non nulle et $\bar{L}(\gamma)$ garde une valeur plus faible que dans le schéma VI.1 où le phénomène primordial est la diffusion. Par contre sous 350 MPa, $\bar{L}(\gamma)$ augmente assez vite car les phénomènes de cisaillement deviennent encore plus intenses. On constate enfin que cette configuration implique une coalescence moins marquée par rapport à 1050°C car la diffusion va bien sûr s'effectuer beaucoup plus lentement surtout sous une contrainte élevée, car le temps de fluage est très court.

A 1050°C, l'effet de la contrainte ne se fait pratiquement pas sentir sur l'épaississement de γ contrairement à 950°C car les phénomènes de diffusion prédominent largement avec une très légère contribution du glissement responsable de la déformation plastique.

Une autre représentation possible de la coalescence (schéma VI.3) s'applique aux deux températures à partir du moment où les deux phases sont cisailées. On aura alors aussi un épaississement de la phase γ' (Fig. VI.9) et de γ causés par des mécanismes de cisaillement dans les précipités γ' et dans la matrice. La déformation plastique est importante dans ce cas.

Cette étape se situe en fait au milieu du stade secondaire.

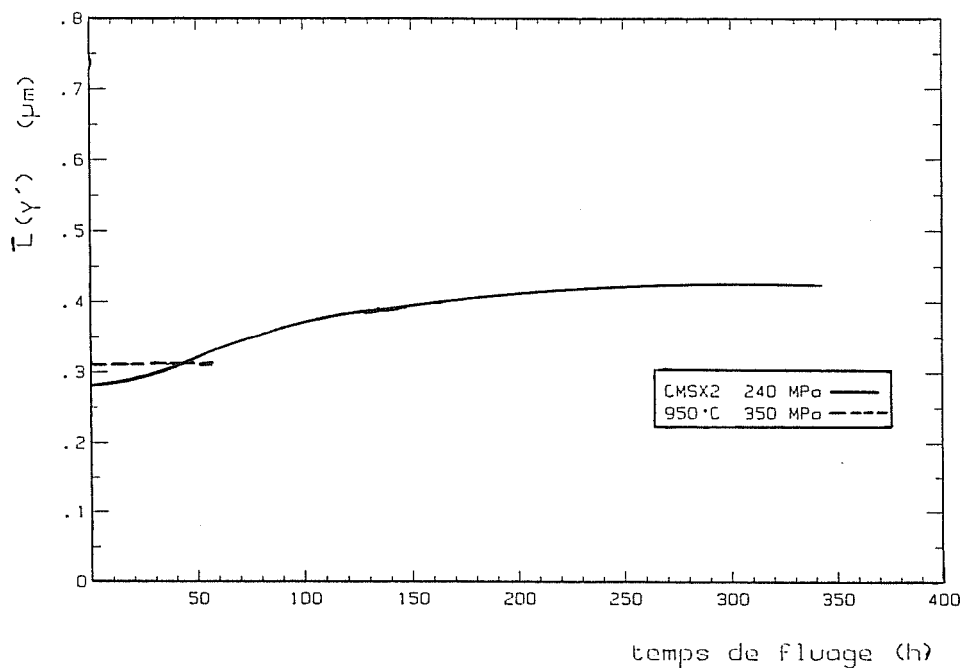
La phase γ' commence à épaissir très tôt lors du fluage à 1050°C (Fig. VI.9), aux alentours de 20h. Cela signifie en fait que les phénomènes de diffusion interviennent dans γ et γ' . On obtient alors une coalescence des deux phases suivant le principe du schéma VI.4. On conçoit que ce mécanisme purement diffusionnel interviendra en fluage à 1050°C mais conduira à un épaississement des deux phases. Il n'opère pratiquement pas à 950°C surtout sous forte contrainte.

VI.2.4. RECAPITULATION DES RESULTATS

Plusieurs effets sont apparus :

- la vitesse de mise en radeaux est faible quelle que soit la contrainte à 950°C par rapport à 1050°C;
- quand la contrainte augmente à 950°C, l'évolution microstructurale s'effectue plus rapidement mais le taux d'élancement des plaquettes est identique à celui sous plus faible contrainte. La coalescence est donc favorisée par la déformation plastique;

a



b

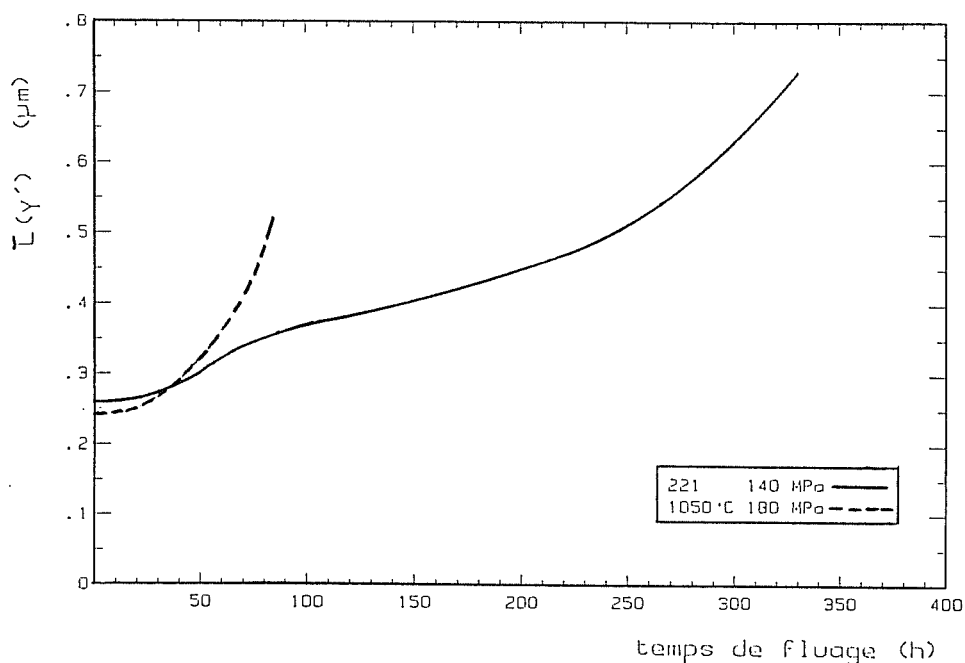


Figure VI.9 : Variations de l'épaisseur de la phase γ' au cours du fluage du CMSX2 (a) et du 221 (b) sous différentes contraintes.

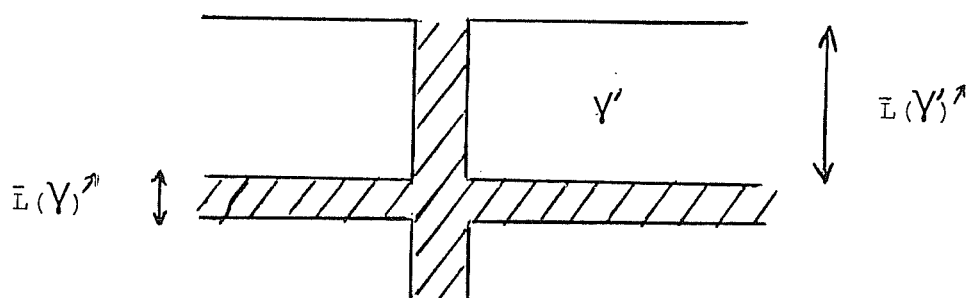


Schéma VI.4 : Coalescence simultanée des deux phases accompagnée d'une très faible déformation plastique. Ce mécanisme n'intervient qu'à très haute température (1050°C) sous faible contrainte et est de

- la déformation plastique est globalement plus élevée car elle est produite par glissement de dislocations en densité plus élevée dans la matrice. Sous faible contrainte (240 MPa), cette phase épaissit peu, plus rapidement sous 350 MPa. L'épaississement de γ est donc lié à la déformation de cette phase;
- l'épaississement de γ moins important à 950°C par rapport à 1050°C résulte du fait que la morphologie de coalescence n'apparaissant que plus tardivement, la déformation peut se propager, par glissement et montée de dislocations dans tout le volume du matériau. A 1050°C, les dislocations restent confinées dans les couloirs horizontaux créés par la structure en plaquettes;
- à 1050°C, la déformation plastique régit l'évolution de la structure en radeaux;
- les phénomènes de diffusion dominant et conduisent à un épaississement de γ marqué, à toute contrainte, mais cette évolution s'effectue sans déformation plastique importante;
- la morphologie en plaquettes est très bien marquée et les mécanismes de diffusion s'étendent aussi bien à la phase γ' qu'à γ .

VI.3. APPROCHE MICROSCOPIQUE PAR L'ETUDE DES STRUCTURES DE DISLOCATIONS AU COURS DU FLUAGE

Des lames minces $\langle 001 \rangle$ ont été prélevées d'éprouvettes fluées à différents stades de déformation. Le tableau VI.2 récapitule les essais de fluage effectués. Comme certaines éprouvettes présentaient très souvent des imperfections d'orientation cristallographique, il a paru nécessaire de vérifier le rôle d'une désorientation par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ afin par la suite de pouvoir effectivement dégager l'effet réel de la contrainte lors du fluage à 950°C et enfin de comparer avec les résultats à 1050°C.

VI.3.1. RAPPEL DU MODELE DE FLUAGE A 1050°C (6)

Dans le premier stade de déformation, les systèmes octaédriques sont activés et les dislocations se déplacent essentiellement dans les couloirs de matrice horizontaux par glissement dévié répété. Ensuite, par interaction

σ (MPa)	Temps de fluage (h)	Allongement (%)	Désorientation par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ (°)
240	15	0,14	5
	17	0,10	16
	68	0,30	16
	143	1,10	5
350	0,25	0,10	9,5
	1	0,34	4
	18	1,00	7
	27	3,00	4,5

Tableau VI.2 : Données relatives aux essais de fluage interrompus à 950°C sous 240 MPa et 350 MPa.

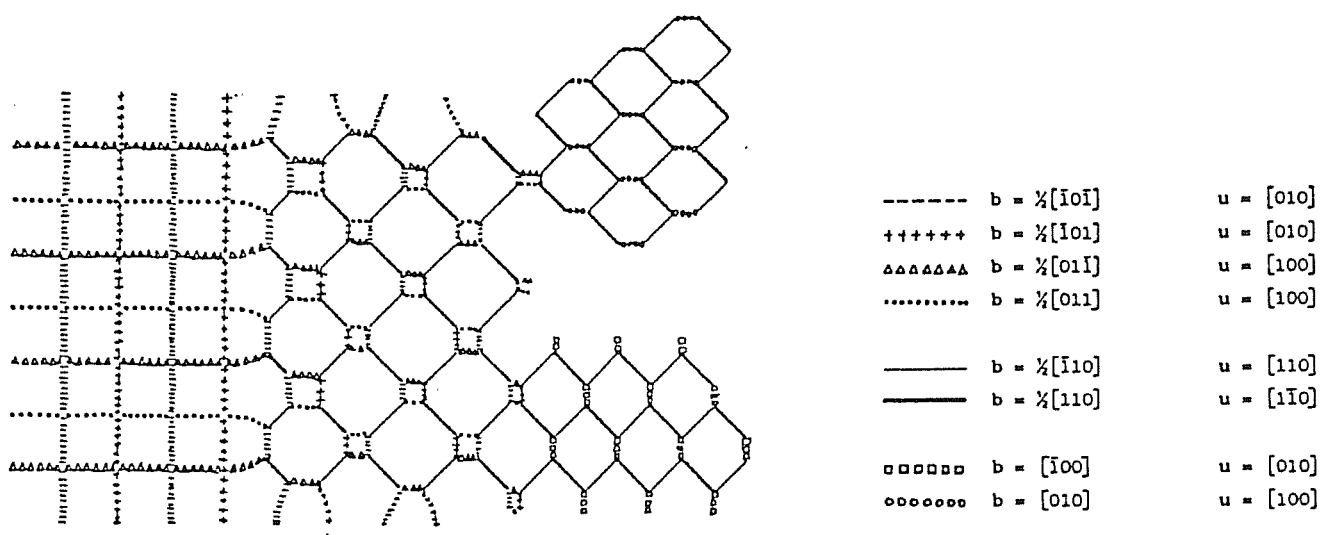


Figure VI.10 : Modélisation de l'évolution des réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' au cours du fluage de l'alliage 221 à 1050°C sous 140 MPa.

entre ces différents systèmes se forment aux interfaces γ/γ' des réseaux statiques, c'est-à-dire constitués par des dislocations possédant un vecteur de Burgers tel que : $b = \pm \frac{1}{2} [..0]$. Ces configurations très stables par rapport à la contrainte ajoutées à la morphologie de coalescence conduisent à un durcissement du matériau. L'historique de la création de ces réseaux est retracée sur la figure VI.10.

VI.3.2. ETUDE DES MECANISMES DE DEFORMATION SUR LE CMSX-2 FLUE A 950°C

VI.3.2.1. Fluage sous 240 MPa

VI.3.2.1.1. Effet de la désorientation par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ sur le fluage du CMSX-2

VI.3.2.1.1.1. Courbes de fluage

Les courbes de fluage rupture de la figure VI.II montrent qu'une désorientation de 16° n'affecte pas la durée de vie du matériau qui est identique à celle d'une éprouvette à seulement 2° de l'axe $\langle 001 \rangle$. Par contre, la déformation primaire est plus importante pour de faibles désorientations (Fig. VI.12).

En fait, ce phénomène peut s'expliquer par le nombre de systèmes de glissement activés qui augmente, quand l'axe de sollicitation se rapproche de $\langle 001 \rangle$; dans cette position de symétrie parfaite, il en existe 8. La propagation de ces nombreuses dislocations issues de plusieurs systèmes dans la matrice γ entraîne une déformation notable dès la fin de la mise en charge et au bout de quelques minutes, l'intersection de tous ces systèmes crée un phénomène de blocage qui durcit le matériau par interaction entre les dislocations et recombinaisons. A 16° de $\langle 001 \rangle$, un système primaire est activé donc la densité des dislocations étant moindre, la déformation enregistrée est plus faible. Pourtant, comme l'axe de l'éprouvette va tourner au cours du fluage en se rapprochant de $\langle 001 \rangle$, d'autres systèmes pourront être activés très rapidement et consolider le matériau.

A partir de cet instant du fluage, les mêmes réseaux seront capables de se former dans les interfaces γ/γ' et l'éprouvette se comportera de manière identique à celle d'orientation parfaite jusqu'à la rupture.

Donc l'effet d'une désorientation de cet ordre reste négligeable lors du fluage à 950°C ce qui n'est pas le cas à plus faible température comme à 760°C (70).

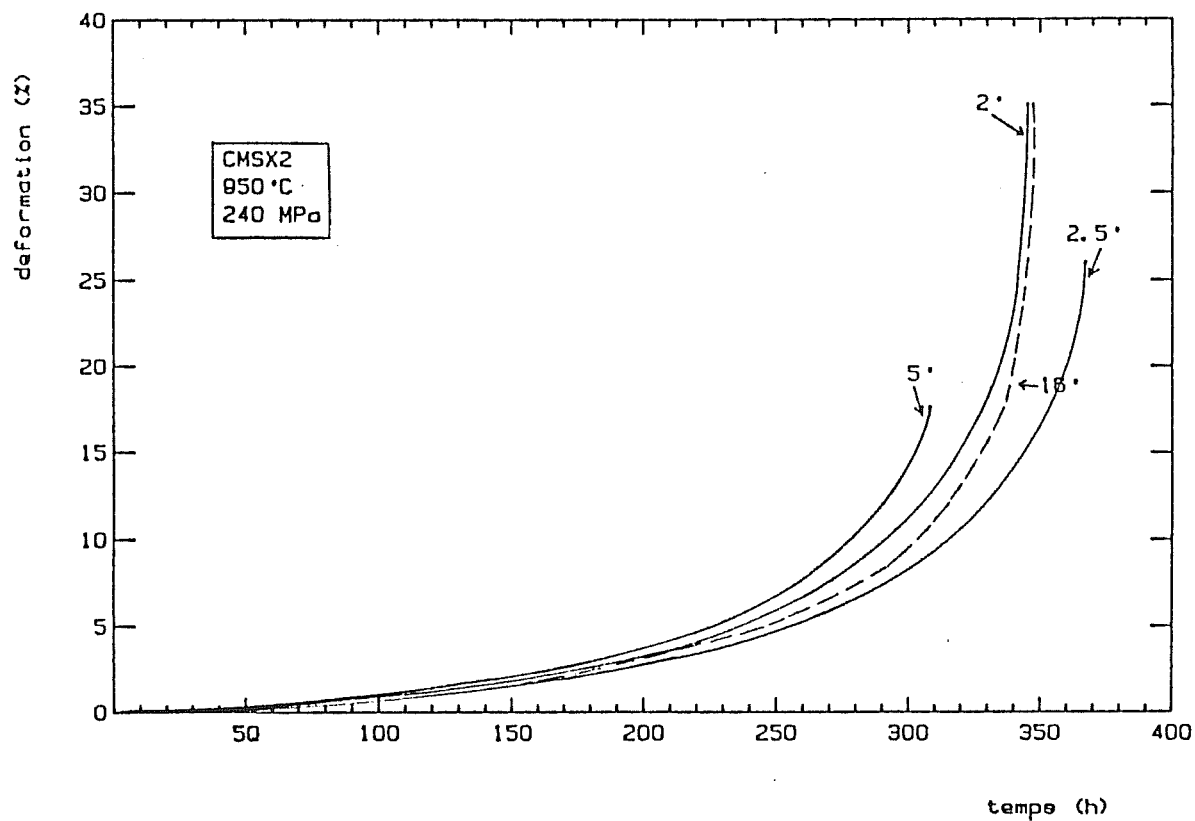


Figure VI.11 : Effet de la désorientation par rapport à l'axe $\langle 001 \rangle$ sur le fluage rupture du CMSX2 à 950°C sous 240 MPa.

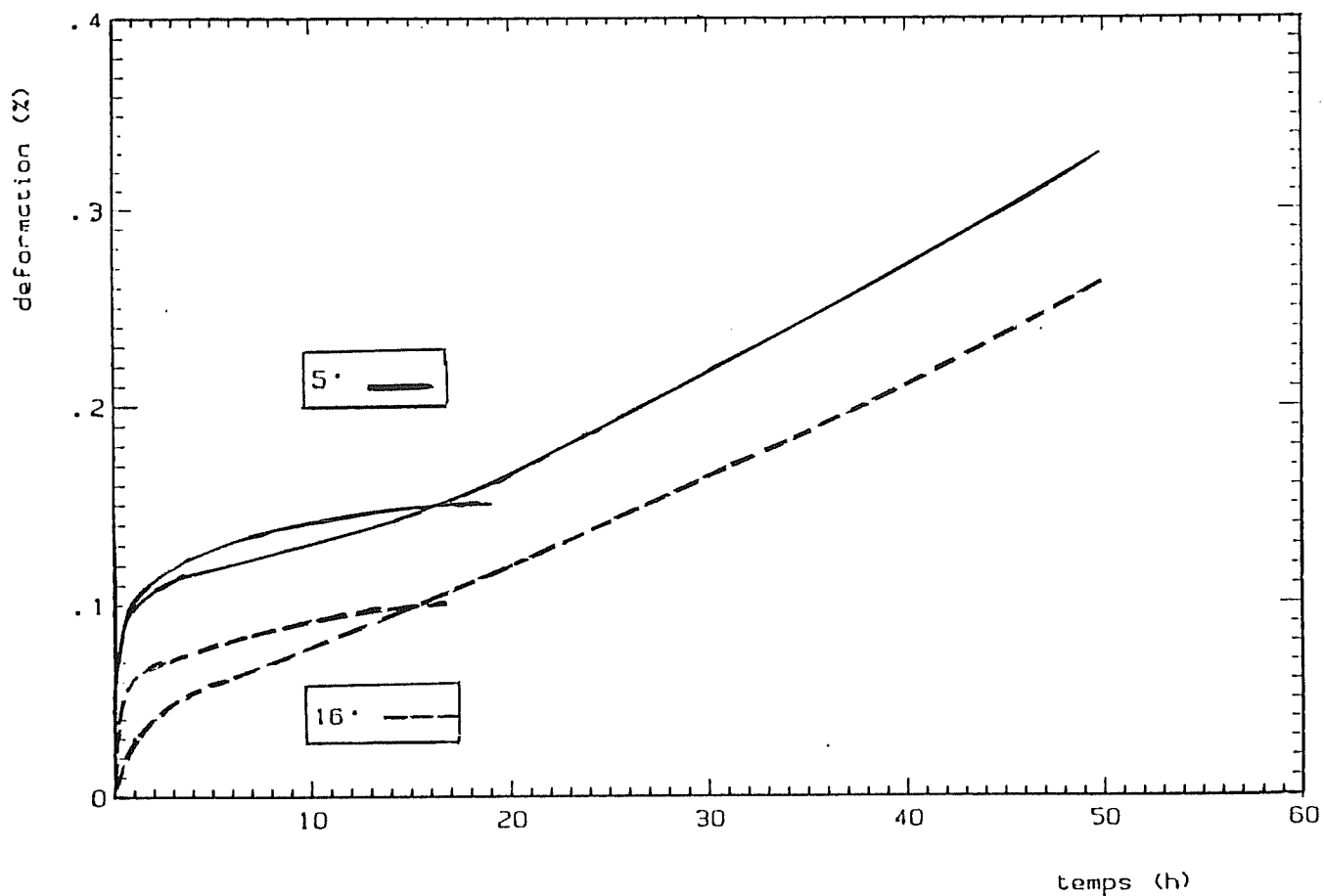


Figure VI.12 : Effet de la désorientation cristallographique sur la partie initiale du fluage du CMSX2 à 950°C sous 240 MPa.

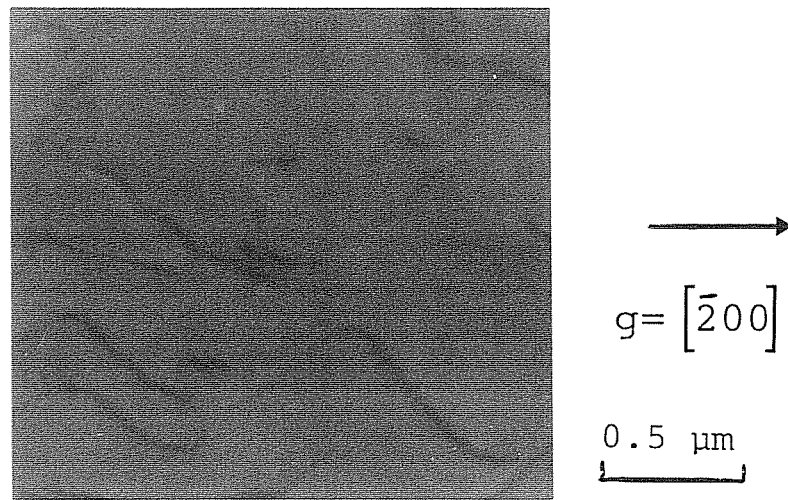


Figure VI.13 : Glissement dévié répété dans le CMSX2 flué à 950°C sous 240 MPa après 0.14 de déformation (15h).

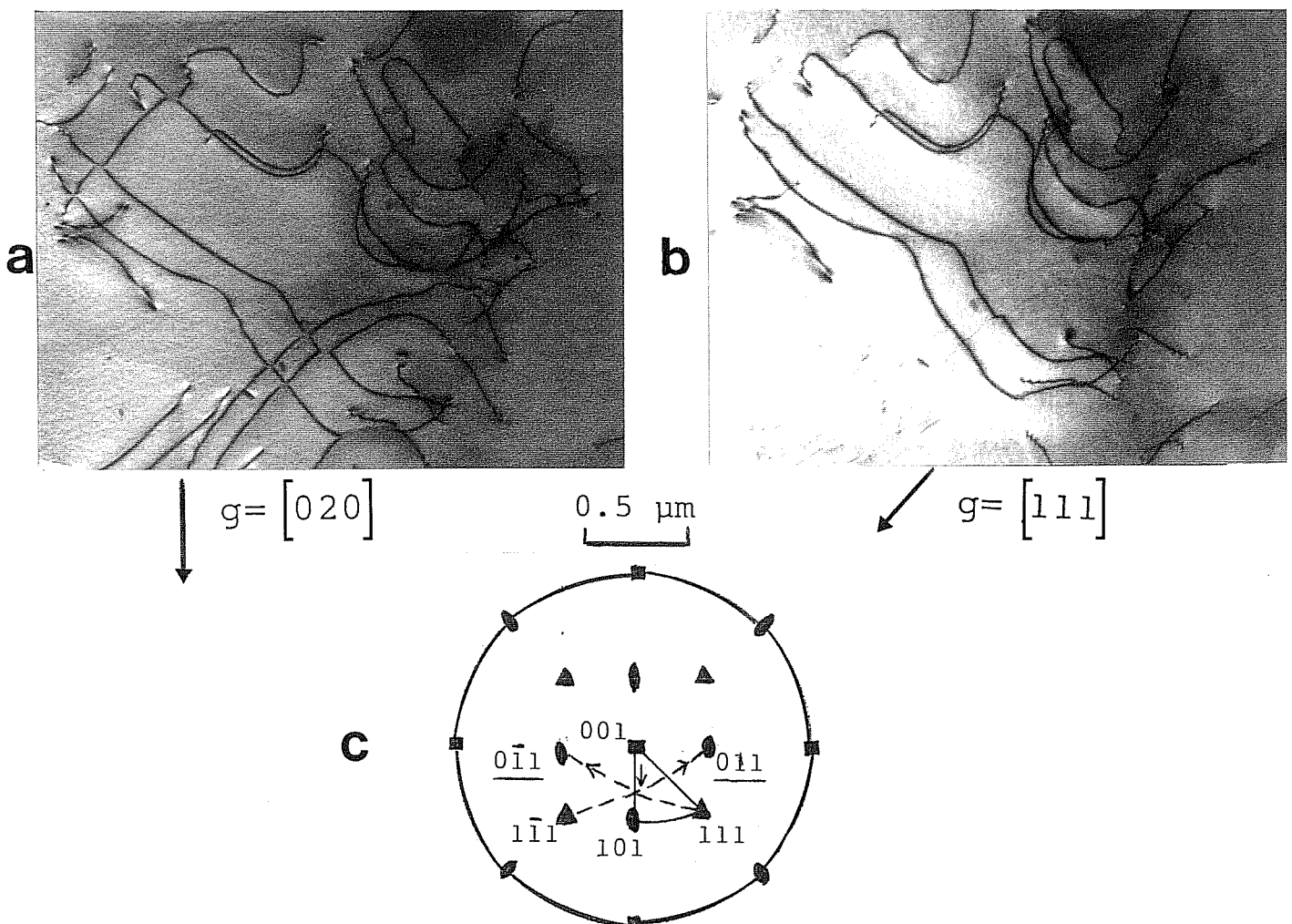


Figure VI.14 : Structures de dislocations dans une éprouvette de CMSX2 désorientée de 16° après fluage à 950°C sous 240 MPa ($\epsilon_f = 0.1\%$)

a) et b) même zone sous deux conditions de diffraction

c) position de l'axe de l'éprouvette à 16° de $\langle 001 \rangle$ vers $\langle 101 \rangle$. Les systèmes de glissement théoriques sont soulignés.

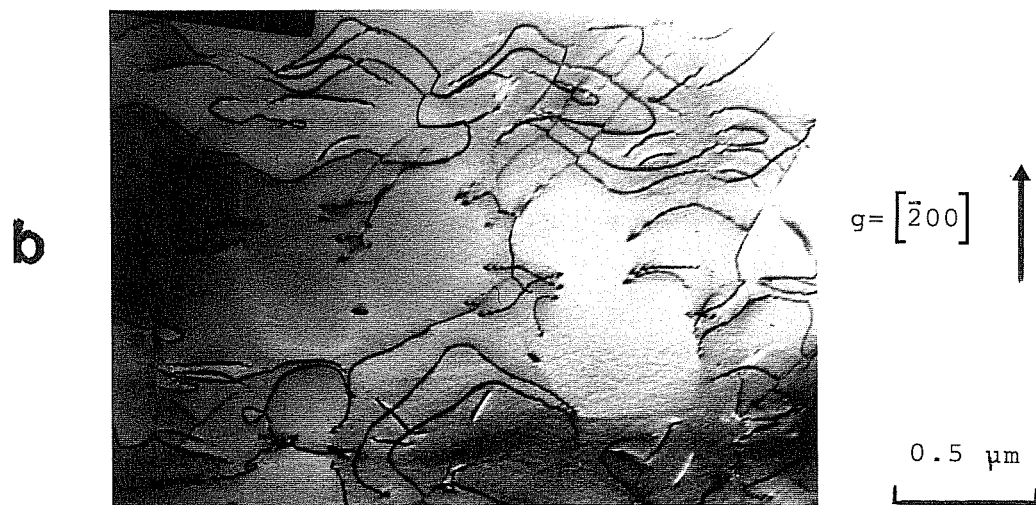
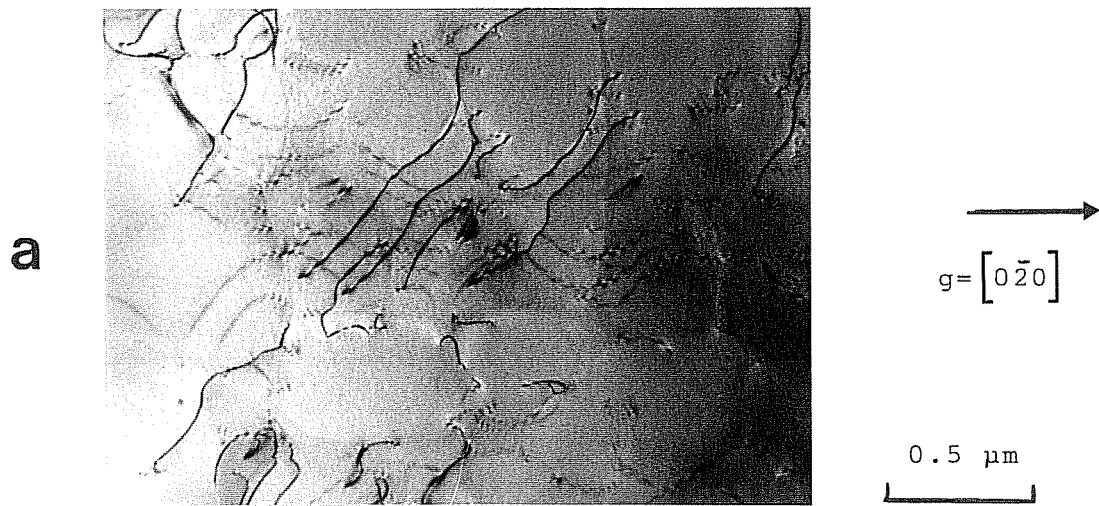


Figure VI.15 : Structures de dislocations dans le CMSX2 flué à 950°C sous 240 MPa après 0.3% de déformation (68h).

a) et b) même zone sous deux conditions de diffraction.

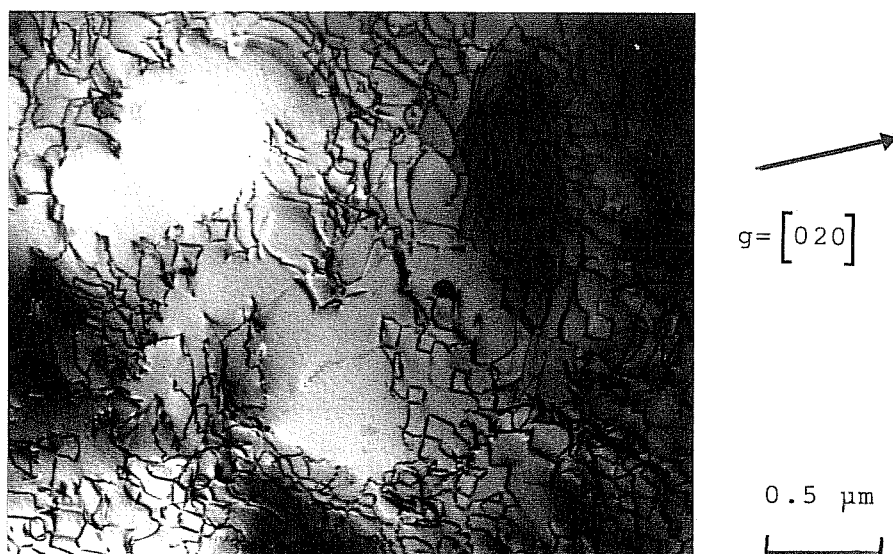


Figure VI.16 : Réseaux de dislocations dans les interfaces γ/γ' du CMSX2 flué à 950°C sous 240 MPa jusqu'à 1.1% de déformation 143h).

Nous allons examiner maintenant les structures de dislocations et nous verrons qu'effectivement, le nombre de systèmes activés est inférieur sur l'éprouvette désorientée, au début du fluage. Dans un stade ultérieur, aucune différence ne sera observée.

VI.3.2.1.1.2. Stade primaire

Après 15h de fluage sur l'éprouvette proche de $\langle 001 \rangle$ (Fig. VI.13), la densité de dislocations a augmenté considérablement par rapport à l'état de référence (Fig. VI.7). Les précipités γ' conservent leur forme cuboïdale car la coalescence orientée vient tout juste de débiter.

De nombreux événements de glissement dévié répété dans les plans $\{111\}$ apparaissent sur la micrographie comme à 1050°C . Un seul système est visible ici mais il est évident que statistiquement il existe autant de chances de trouver les autres dislocations glissiles avec des vecteurs de Burgers à 60° les uns des autres dans d'autres régions de la lame.

La situation diffère lorsque l'orientation de l'éprouvette s'écarte de $\langle 001 \rangle$ (Fig. VI.14 a et b). En effet on n'observe pas de glissement dévié répété. Le système primaire $[011]$ ($\bar{1}\bar{1}1$) est activé en premier puis le système critique $[0\bar{1}1]$ (111) (Fig. VI.14 c). Ces dislocations rectilignes dans des directions de type $\langle 220 \rangle$ possèdent donc des vecteurs de Burgers à 90° l'un de l'autre. Ceci implique que la formation de réseaux statiques pour l'instant n'est pas encore possible. Aux jonctions apparaissent néanmoins des dislocations statiques de vecteur de Burgers $\pm [001]$.

VI.3.2.1.1.3. Stade secondaire

Après 0,3% de déformation sur une autre éprouvette désorientée de 16° , un troisième système de glissement apparaît (Fig. VI.15). Comme les vecteurs de Burgers sont de type $b = \frac{1}{2} [\bar{1}01]$, la formation de réseaux statiques ne pourra être possible comme à 1050°C car elle nécessite l'interaction entre vecteurs de Burgers à 60° les uns des autres.

En orientation parfaite mais pour un temps de fluage plus important (143h), des réseaux tapissent les interfaces γ/γ' mais ils possèdent une forme très irrégulière (Fig. VI.16). Ils se composent généralement de dislocations qui ont glissé au préalable dans la matrice et placées en position coin, et de dislocations statiques de $b = \pm \frac{1}{2} [..0]$. La déformation se répartit de manière homogène dans la lame.

VI.3.2.1.2. Comparaison avec le modèle de fluage à 1050°C

En début de fluage, des phénomènes de glissement dévié répété apparaissent aux deux températures sauf quand l'axe de la contrainte s'éloigne notablement de $\langle 001 \rangle$. Mais dans ce dernier cas, les mêmes mécanismes apparaissent également : ils sont seulement différés dans le temps.

Ensuite, ces dislocations se réarrangent et créent aux interfaces γ/γ' des réseaux statiques à 1050°C. Il n'en est pas de même à 950°C où il se forme des réseaux beaucoup plus irréguliers, composés au maximum par un seul type de dislocation statique soit $b = \pm \frac{1}{2} [110]$, soit $b = \pm \frac{1}{2} [\bar{1}10]$ suivant la région observée. Ces configurations sont donc instables vis à vis de la contrainte appliquée. C'est peut-être la raison pour laquelle, entre autres, la coalescence est moins rapide et la déformation plastique plus importante à 950°C. En effet, la densité de dislocations glissiles reste très importante à tout stade du fluage ce qui explique aussi l'absence de fluage secondaire.

VI.3.2.2. Fluage sous 350 MPa

VI.3.2.2.1. Structures de dislocations en début de fluage (15 min) après 0,1% de déformation

Les dislocations se propagent par glissement dévié répété dans les plans $\{111\}$ de la matrice (Fig. VI.17 a). On constate de plus que la densité de dislocations est beaucoup plus importante que pour une déformation pratiquement équivalente (0,14%) sous 240 MPa (Fig. VI.17 b). Dans certains cas (en A sur la figure VI.17 b), se forment des réseaux équivalents à ceux déjà observés dans la lame déformée de 1,1% sous 240 MPa. Ils apparaissent donc beaucoup plus tôt que sous plus faible contrainte.

VI.3.2.2.2. Etat déformé de 0,34% (1h)

La première remarque importante concerne l'hétérogénéité de la déformation à l'échelle des 3 μm environ (Fig. VI.18 a). Un seul système de glissement est prépondérant dans une zone donnée.

Cette hétérogénéité de déformation est responsable de la mosaïcité d'orientations cristallines impliquant des difficultés pour obtenir un

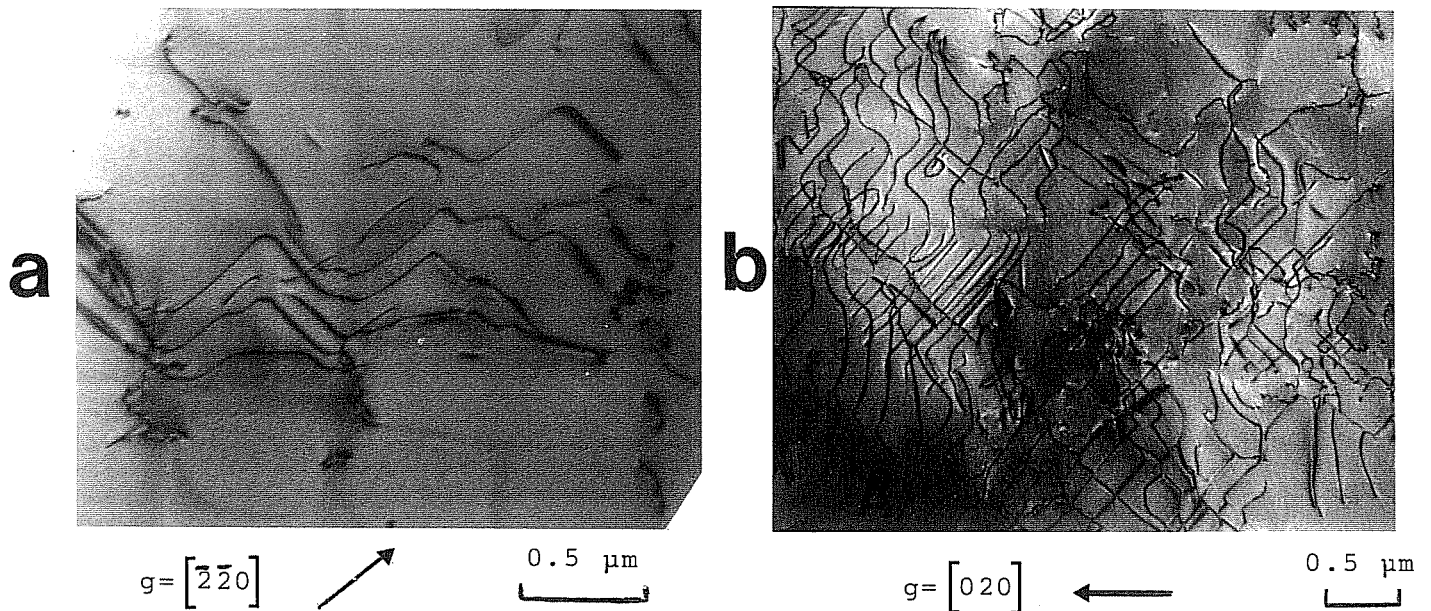


Figure VI.17 : Structures de dislocations dans le CMSX2 flué à 950°C sous 350 MPa jusqu'à 0.1 de déformation (15 min).

- a) lame prélevée près des congés de l'éprouvette
- b) lame prélevée au milieu du fût de l'éprouvette.

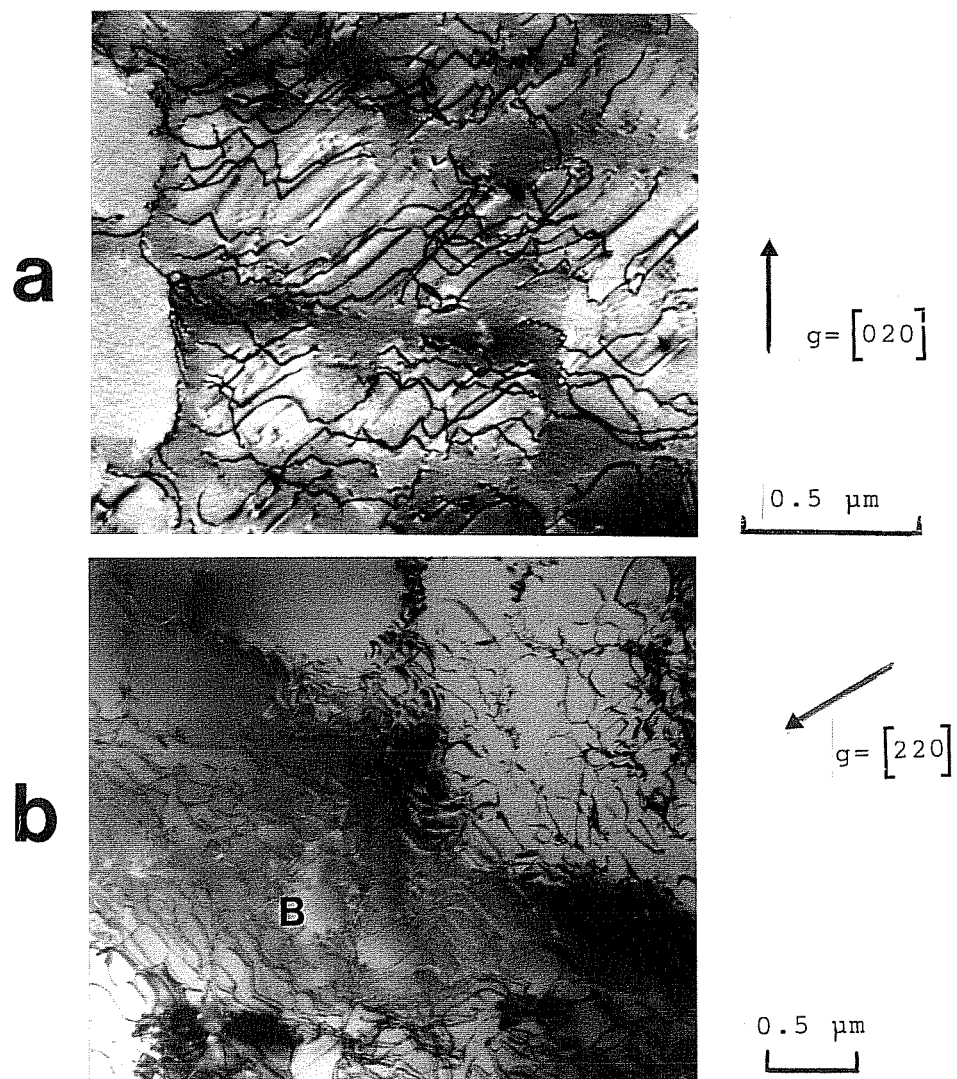


Figure VI.18 : Répartition hétérogène des structures de dislocations dans une lame déformée de 0.34% du CMSX2 en fluage à 950°C sous 350 MPa.

- a) zone peu déformée
- b) autre zone fortement déformée.

contraste uniforme dans des zones de plusieurs dizaines de microns de diamètre (Fig. VI.18 b).

La densité de dislocations glissiles est très importante et du même ordre que celle des réseaux "quasi-statiques" (en B sur la figure VI.18 b). En l'occurrence, ils sont essentiellement formés par des dislocations de $b = \pm \frac{1}{2} [110]$.

VI.3.2.3. Récapitulatif sur l'effet de la contrainte en fluage à 950°C.

Une augmentation de la contrainte entraîne une hétérogénéité de déformation dans le matériau.

Une très forte densité de dislocations glissiles est visible par endroits. Dans d'autres régions apparaissent en grande quantité des réseaux "quasi-statiques" très irréguliers.

VI.4. SYNTHÈSE DES RÉSULTATS PAR LES DIFFÉRENTES APPROCHES

Nous avons vu qu'à 950°C par rapport à 1050°C :

- la déformation primaire est plus importante,
- il n'existe pas de stade de fluage stationnaire,
- la coalescence orientée apparaît moins vite,
- $N_c (\gamma)$ change de signe plus tard,
- la matrice γ épaissit moins vite en début de fluage,
- il n'existe pas de réseaux statiques largement développés et bien établis aux interfaces γ/γ' et la densité de dislocations glissiles est beaucoup plus importante.

A cette température (950°C), la diffusion régit la vitesse de coalescence orientée donc de $N_c (\gamma)$ d'où vitesse de fluage plus importante et retard à l'apparition des plaquettes des deux phases. La déformation primaire est supérieure car elle est produite par le glissement dans la matrice de dislocations en densité plus élevée qu'à 1050°C.

$\bar{L} (\gamma)$ ne peut pas épaissir beaucoup car les phénomènes de diffusion qui permettraient entre autre de faire disparaître les murs verticaux de γ au profit des couloirs horizontaux sont trop lents. Les dislocations ne peuvent atteindre ces couloirs par glissement pur. Cependant pour de fortes

contraintes où le temps de diffusion est encore plus limité, $\bar{L}(\gamma)$ augmente beaucoup plus car la densité de dislocations est très élevée et le cisaillement intempestif de γ conduit à un épaississement important.

L'hétérogénéité de la déformation observée sous 350 MPa rend bien compte de l'aspect des plaquettes de γ et γ' qui ne sont pas tout à fait bien formées. les interfaces γ/γ' sont d'orientation variable et leur répartition quelconque.

Enfin, les réseaux aux interfaces γ/γ' sont quasi-statiques lorsque la structure est enfin coalescée, donc il n'existe pas de fluage stationnaire.

A 950°C, les dislocations glissiles jouent le rôle de porteurs de déformation.

A 1050°C au début de fluage, il peut exister aussi coalescence de la phase γ' par diffusion. Aux deux températures à un stade ultérieur, ces deux phases épaississent car elles sont cisailées par glissement de dislocations.

A 1050°C, l'évolution de la structure en radeaux est contrôlée par la déformation plastique. Les dislocations dans ce cas, jouent plutôt le rôle de véhicules de matière. Par des phénomènes de diffusion, la morphologie en plaquettes s'installe rapidement. Cette topographie ainsi que les réseaux parfaitement statiques confèrent à l'alliage une résistance accrue au fluage.

CHAPITRE VII

CONCLUSION GENERALE

V I I - C O N C L U S I O N G E N E R A L E

Le but poursuivi tout au long de cette étude a consisté à rechercher les relations liant le comportement macroscopique en fluage, l'évolution de la microstructure de précipitation et les configurations des dislocations à l'échelle microscopique sur les superalliages base nickel monocristallins. Les résultats ont permis de dégager l'effet de la mise en radeaux de la structure ainsi que le rôle des dislocations de fluage.

Lors du fluage tension $\langle 001 \rangle$ à haute température, c'est-à-dire 1050°C , la déformation est tout d'abord produite par glissement dévié répété de dislocations dans les couloirs horizontaux de la matrice et elle reste en général faible au cours de cette phase primaire du fluage. Les phénomènes de diffusion étant très importants, la microstructure en radeaux s'établit rapidement et limite les phénomènes de montée qui régissent la vitesse de déformation. Cette dernière est donc faible et la présence de réseaux de dislocations "statiques" dans les interfaces γ/γ' confère à l'alliage une résistance accrue au fluage car ils ne peuvent se déplacer ni par glissement, ni par montée. Les dislocations sont dans ce cas des "véhicules de matière" et la coalescence peut s'effectuer plus vite et plus parfaitement sans déformation plastique associée importante.

A 950°C , les phénomènes de diffusion opérant plus lentement, le matériau ne peut donc pas profiter de la structure en radeaux très rapidement. Les dislocations, quant à elles, ont moins tendance à s'organiser en réseaux statiques. Les dislocations mobiles des systèmes activés, ces "véhicules de déformation" demeurent en densité plus élevée qu'à 1050°C , ce qui provoque une déformation plus importante. Le fluage secondaire est peu marqué en l'absence de réseaux parfaitement statiques.

Cette température de 950°C n'appartient finalement pas vraiment au domaine des hautes températures car l'effet de la contrainte y est primordial et l'emporte sur celui de la température.

L'effet d'une addition de bore sur le fluage de l'AM1 à 1050°C se traduit par les manifestations suivantes : diminution de la vitesse de déplacement des

dislocations qui s'épinglent sur les atomes de Bore, limitation du glissement dévié répété par diminution des interactions précipité γ' -dislocation, retard de l'apparition de la structure en radeaux. La densité de dislocations est beaucoup plus importante et la déformation primaire est donc plus élevée. Les dislocations atteignent même par glissement les couloirs verticaux de matrice (non fréquentés dans l'alliage de référence) car leur tension de ligne étant diminuée, la contrainte d'OROWAN est plus faible et permet le cisaillement des couloirs beaucoup plus étroits. Le processus de création de réseaux statiques apparaît plus tard car les interactions dislocation-dislocation sont plus faibles.

Par contre, lorsque la structure est parfaitement coalescée et que les réseaux statiques tapissent les interfaces γ/γ' , l'alliage se comporte comme le matériau de référence. Cette mise en radeaux est donc une structure résistante au fluage car elle limite géométriquement les phénomènes de montée. Toutefois, si les réseaux statiques ne pouvaient se former, le fait qu'elle offre des couloirs très allongés perpendiculairement à l'axe de la contrainte pourrait avoir un effet néfaste si les dislocations restaient "activables".

Cette étude permet donc de réaliser l'importance des structures de dislocations mais aussi de souligner le rôle fondamental de la phase γ' qui est de favoriser le glissement dévié répété d'une part, et surtout d'attirer les dislocations aux interfaces γ/γ' d'autre part, où elles peuvent alors se reconstituer et y créer les réseaux statiques.

Cette étude a permis de plus d'établir une corrélation entre t_0 le temps pour lequel la connexité de la matrice et celle de la phase γ' s'inversent et l'apparition du fluage tertiaire. Nous avons donc pu constater que la morphologie de coalescence est liée à l'apparition de ce stade et non pas la déformation car celle-ci demeure très faible en fin de fluage secondaire (de l'ordre de 0,5%).

Lorsque $N_c(\gamma)$ devient négatif, cela signifie que parfois, la phase γ' va être cisailée. La vitesse de fluage va donc légèrement augmenter et à la fin du fluage secondaire, les événements de cisaillement de γ' vont devenir de plus en plus fréquents et le fluage tertiaire apparaît avec extension du cisaillement à tout le volume du matériau. Il convient donc de retarder l'inversion de ce paramètre $N_c(\gamma)$.

Lors du fluage tension sur éprouvettes prédéformées en compression, la déformation totale cumulée est seule responsable de l'apparition du stade tertiaire, indépendamment de la morphologie de coalescence. C'est d'ailleurs

la raison pour laquelle une prédéformation de quelque nature qu'elle soit ne peut en aucun cas apporter une résistance accrue au fluage car la multiplication des dislocations de déformation n'est pas réversible mais au contraire cumulative, ce qui entraîne rapidement la ruine du matériau. Pourtant, cette étude sur l'effet d'un pré-fluage compression a par ailleurs permis de constater que pour ce type de sollicitation, les plaquettes développées limitent le libre parcours moyen des dislocations lors de l'inversion du sens de la charge et par là même diminue la déformation plastique au début de la seconde phase de l'essai.

Enfin, le dernier volet de cette étude a montré que pour des monocristaux base nickel à très forte fraction volumique de γ' (60 à 70%), le critère de Schmid n'est pas toujours applicable. En effet, le glissement cubique n'apparaît pas pour une sollicitation le long de l'axe $\langle 111 \rangle$ et des systèmes théoriquement inactivés pour une orientation $\langle 011 \rangle$ ont été observés expérimentalement. De plus, dans ce cas, il s'avère qu'il existe des phénomènes de glissement dévié répété alors que la loi de Schmid interdirait en principe ce mécanisme.

Néanmoins, cette étude a permis une fois encore de dégager le rôle d'une morphologie de coalescence à plusieurs variants. Les dislocations ne s'arrangent pas en réseaux statiques mais leur libre parcours moyen est diminué à cause des couloirs de γ plus étroits et moins étendus qu'elles rencontrent, conséquence de la morphologie des plaquettes.

Dans ce cas, la bonne tenue en fluage n'est due qu'à la présence de ces radeaux à plusieurs variants. La phase γ' finalement organise la topologie de l'espace explorable par les dislocations et permet même, lorsque c'est nécessaire, le réarrangement de ces dernières (comme lors du fluage tension en $\langle 001 \rangle$).

A l'issue de cette étude il subsiste quelques problèmes concernant les causes locales d'activation des systèmes de glissement qui ne peuvent apparemment pas être déduits simplement d'une loi macroscopique directement liée à la contrainte appliquée. La forte fraction volumique de γ' et l'intensité locale des champs de contrainte de cohérence des précipités sont vraisemblablement à l'origine de ce phénomène.

Par contre, il conviendrait sûrement d'approfondir le problème d'une prédéformation en compression avant le fluage tension d'une part en faisant varier la température, d'autre part en explorant des taux de prédéformation

plus faibles que ceux employés dans cette étude (0,5 à 1,5%) et qui correspondent mieux aux conditions rencontrées en service. En effet, nous avons vu que l'effet d'une prédéformation en compression restait plutôt positif pendant les quelques heures qui suivent l'inversion du sens de la contrainte. Qu'advierait-il par exemple au cours d'un essai de fluage alterné ou de sollicitation cyclique lente effectué avec des $\Delta \epsilon_p$ de l'ordre de 10^{-3} ?

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- (1) J.P. HERTEMAN, Matériaux et Techniques, Oct.-Nov. 1985, 559.
- (2) Y. HONNORAT, Colloque Villard-de-Lans, Fév. 1986, 5.
- (3) S.M. COPLEY, B.H. KEAR, Trans. TMS-AIME 239, (1967), 977.
- (4) J.H. DAVIDSON, A. FREDHOLM, T. KHAN, J.M. THERET, demande de brevet déposée en France le 29.11.1983, N° 83-20986.
- (5) E. BACHELET, G. LAMANTHE, Colloque Villard-de-Lans, Fév. 1986, 180.
- (6) A. FREDHOLM, Thèse de Doctorat, ENSMP, 1987.
- (7) A.V. JENA, M.C. CHATURVEDI, J. of Mat. Sci. 19, (1984), 3121.
- (8) J. HESLOP, Cobalt. 24, (1964), 128.
- (9) L. HABRAKEN, D. COUTSOURADIS, Cobalt. 26, (1965), 10.
- (10) F. BELLENRATH, Cobalt. 34, (1967), 18.
- (11) Y. SHIMANUKI, J. Jpn. Inst. Met., 43, (1979), 203.
- (12) C.H. SYMONDS, J. Aust. Inst. Met., 16, (1971), 1.
- (13) Z.A. YANG, Y.T. XIAO, C.H. SHI, Z. Metallkd., 78, (1987), 339.
- (14) J.K. TIEN, T.E. HOWSON, G.L. CHEN, X.S. XIE, J. Met., 32, (1980), 12.
- (15) Z.A. YANG, Y.T. XIAO, C.H. SHI, Mat. Sci. and Eng. A, 101, (1988), 65.
- (16) K. HARRIS, G.L. ERICKSON, R.E. SCHWER, TMS-AIME Fall Meeting, St Louis, (1982), 36.
- (17) K. MINO, K. ASAKAWA, Y.G. NAKAGAWA, A. OHTHO, PM Aerospace Materials, (1984).
- (18) T. KHAN, P. CARON, D. FOURNIER, K. HARRIS, Matériaux et Techniques, Oct.-Nov. 1985, 567.
- (19) A. FREDHOLM, J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention SNECMA/ARMINES n° 366/811 SY, Février 1984.

- (20) D. AYRAULT, J.L. STRUDEL, Rapport Final, Contrat DRET/ARMINES n°84/221, Juillet 1986.
- (21) G.D. MERZ, T.Z. KATTAMIS, A.F. GIAMEI, J. Mat. Sci. 14, (1979), 663.
- (22) D. AYRAULT, Mémoire de DEA, ENSMP, Juin 1984.
- (23) D.H. MAXWELL, J.F. BALDWIN, J.F. RADAVIDICH, Metallurgica and Metal Forming, (1975), 332.
- (24) J.M. WALSH, B.H. KEAR, Met. Trans., 6, (1975), 226.
- (25) C.T. LIU, C.L. WHITE, J.A. HORTON, Acta. Metall., 33, (1986), 213.
- (26) M.K. MILLER, J.A. HORTON, Scripta. Metall., 20, (1986), 789.
- (27) C.C. KOCH, C.L. WHITE, R.A. PADGETT, C.T. LIU, Scripta. Metall., 19, (1985), 963.
- (28) E.M. SCHULSON, T.P. WEIHS, J. BAKER, H.J. FROST, Acta. Metall., 34, n° 7, (1986), 1395.
- (29) A. CHOUDHURY, C.L. WHITE, C.R. BROOKS, Scripta. Metall., 20, (1986), 1061.
- (30) T.P. WEIHS, V. ZINOVIEV, D.V. VIENS, E.M. SCHULSON, Acta. Metall., 35, n° 5, (1987), 1109.
- (31) M. TAKEYAMA, C.T. LIU, Acta. Metall., 36, n° 5, (1988), 1241.
- (32) W. YAN, I.P. JONES, R.E. SMALLMAN, Scripta Metall., 21, (1987), 1511.
- (33) R.S. BELLOWES, J.K. TIEN, Scripta Metall., 21, (1987), 1659.
- (34) P.S. KHADKIKAR, K. VEDULA, B.S. SHABEL, Met. Trans., 18 A, (1987), 425.
- (35) E.M. SCHULSON, T.P. WEIHS, I. BAKER, H.J. FROST, J.A. HORTON, Scripta Metall., 19, (1985), 1497.
- (36) I. BAKER, E.M. SCHULSON, J.A. HORTON, Acta Metall., 35, n° 7, (1987), 1533.
- (37) S.C. HUANG, A.I. TAUB, K.M. CHANG, Acta Metall., 32, n° 10, (1984), 1703.

- (38) A.I. TAUB, C.L. BRIANT, S.C. HUANG, K.M. CHANG, M.R. JACKSON, Scripta Metall., 20, (1986), 129.
- (39) A.I. TAUB, C.L. BRIANT, Acta Metall. 35, n° 7, (1987), 1597.
- (40) R.S. POLVANI, A.W. RUFF, P.R. STRUTT, J. of Mat. Sci. Letters, 3, (1983), 287.
- (41) P.R. STRUTT, M. KHOBAIB, R.S. POLVANI, B.H. KEAR, Proc. of the 4th Int. Conf. on the Strength of Metals bend alloys, Nancy, 30 août-3 sept. 1976.
- (42) G. CHEN, D. WANG, Z. XU, J. FU, K. NI, X. XIE, X. JIN, E. CHIN, T. YU, Superalloys 1984, Seven Springs, 7-11 Oct. 1984, 613.
- (43) P. BOIS, R. CHIERAGATTI, A. FREDHOLM, L. REMY, J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 82/100, Etude 1, Mai 1983.
- (44) M.V. NATHAL et L.J. EBERT, Met. Trans., 16 A, (1985), 427.
- (45) R.A. MACKAY et L.J. EBERT, Met. Trans., 16 A, (1985), 1969.
- (46) P. GUYOT, dans "Dislocations et Déformation Plastique", Ed. par les Editions de Physique, Ecole d'Eté d'Yrivals, (1979), 185.
- (47) B.H. WEAR, G.R. LEVERANT, T.M. OBLAK, Trans. ASM 62, (1969), 639.
- (48) D. AYRAULT, F. BOIS, L. REMY, J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 83/212, Etude 1, Avril 1984.
- (49) A.H. COTTRELL, B.A. BILBY, Proc. Phys. Soc. A 62, (1949), 49.
- (50) A.H. COTTRELL, "Dislocations and Plastic flow in crystals", Clorondon Press, Oxford, (1953).
- (51) A.H. COTTREEL, Rep. Conf. Strength of Solids (Bristol 1947), Phys. Soc. London, 1948.
- (52) H. YOSHINAGA, S. MOROZUMI, Phil. Mag., 23, (1971), 1367.
- (53) G. THOMAS, M.J. WHELAN, Phil. Mag., vol. 4, (1959), 511.
- (54) J.W. CAHN, Acta. Met., vol. 5, (1957), 169.
- (55) B.Y. LYUBOV, V.A. SOLOVYEV, Phys. Metals. Met., 19, n° 3, (1965), 13.

- (56) H.I. AARONSON, K.R. KINSMAN, K.C. RUSSELL, Scripta Met., n° 4, (1970), 101.
- (57) B.F. DYSON et M. MC LEAN, Acta. Metall., 31, (1983), 17.
- (58) P.J. HENDERSON et M. MC LEAN, Acta. Metall., 31, (1983), 1203.
- (59) J.K. TIEN, S.M. COPLEY, Met. Trans., 2, (1971), 215.
- (60) J.K. TIEN, S.M. COPLEY, Met. Trans., 2, (1971), 543.
- (61) J.K. TIEN, R.P. GAMBLE, Met. trans., 3, (1971), 1972.
- (62) A. PINEAU, Acta. Metall., 24, (1976), 559.
- (63) M.V. NATHAL, R.A. MACKAY, Mat. Sci. and Eng., 85, (1987), 127.
- (64) T. MIYAZAKI, K. NAKAMURA, H. MORI, J. of Mat. Sci., 14, (1979), 1827.
- (65) C. CARRY, Thèse de Doctorat, ENSMP, (1976).
- (66) C. DEVAUX, J.C. LAUTRIDOU, J.Y. GUEDOU, Note technique YKOM1 n° 60122 (communication privée).
- (67) A. FREDHOLM, J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 84/221, Etude n° 4, Juin 1986.
- (68) Y. HONNORAT, Rapport Final, Marché DRET n° 86/34457, Etude 1, Février 1988.
- (69) D.M. SHAH, Scripta. Met., 17, (1983), 997.
- (70) P. CARON, Y. OHTA, Y.G. NAKAGAWA, T. KHAN, Proc. 6th Int. Symp. on Superalloys, TMS-AIME (1988), 215.
- (71) P. POUBANNE, Thèse de Doctorat, Ecole Centrale Paris, (1989).
- (72) R.V. MINER, R.C. VOIGT, J. GAYDA, T.P. GABB, Met. Trans. 17 A, (1986), 491.
- (73) S.M. COPLEY, B.H. KEAR, Trans. TMS-AIME, 239, (1967), 977.
- (74) P.H. THORNTON, R.G. DAVIES, T.L. JOHNSTON, Met. Trans. 1, (1970), 207.
- (75) K. HARRIS, G.L. ERICKSON, R.E. SCHWER, TMS-AIME Fall Meeting, St Louis, (1982), 36.

- (76) R.A. MACKAY, NASA Technical Memorandum 83698, Juillet 1984.
- (77) W.G. JOHNSTON, J.J. GILMAN, J. Appl. Phys. 30, 1959, 29.
- (78) C. CARRY, J.L. STRUDEL, Acta. Met., Vol. 25, (1977), 767.
- (79) C.N. AHLQUIST, R. GASCA-NERI, W.D. NIX, Acta. Met. 18, (1970), 663.
- (80) J.H. GITTUS, Proc. Royal Soc. London A 342, (1969), 279.
- (81) M. COSTER, J.L. CHERMANT, Précis d'Analyse d'Images, Ed. du CNRS, Paris, (1985).
- (82) A.K. HEAD, P. HUMBLE, L.M. CLAREBROUGH, A.J. MORTON, C.T. FORWOOD, Computed Electron Micrographs and Defect Identification, North Holland, Amsterdam, (1973).
- (83) R.F. EGERTON, M. EGERTON, "An Electron Energy-Loss Bibliography", dans Scanning Electron Microscopy, (1983), 119.
- (84) C. COLLIEX, C. MORY, P. TREBBIA, A.V.C.P. Ecole de Microscopie Electronique, Zermatt, 19-24 Mars 1979.
- (85) C.C. AHN, O.L. KRIVANEK, EELS Atlas.

ANNEXES

ANNEXE A . I .

ESSAIS DE FLUAGE

A l'aide des rayons X par la méthode de Laue en retour, l'orientation cristallographique des barreaux obtenus par élaboration monocristalline est vérifiée. Ces derniers subissent ensuite le traitement de remise en solution de la phase γ' ainsi que leur premier revenu.

Des éprouvettes de fluage cylindriques de 23 mm de longueur utile et 4,5 mm de diamètre avec têtes filetées sont alors usinées par tournage. Le traitement de vieillissement est effectué sur l'ébauche et l'éprouvette finale est obtenue par rectification afin d'éviter l'introduction de contraintes résiduelles (Fig. A.I.1.).

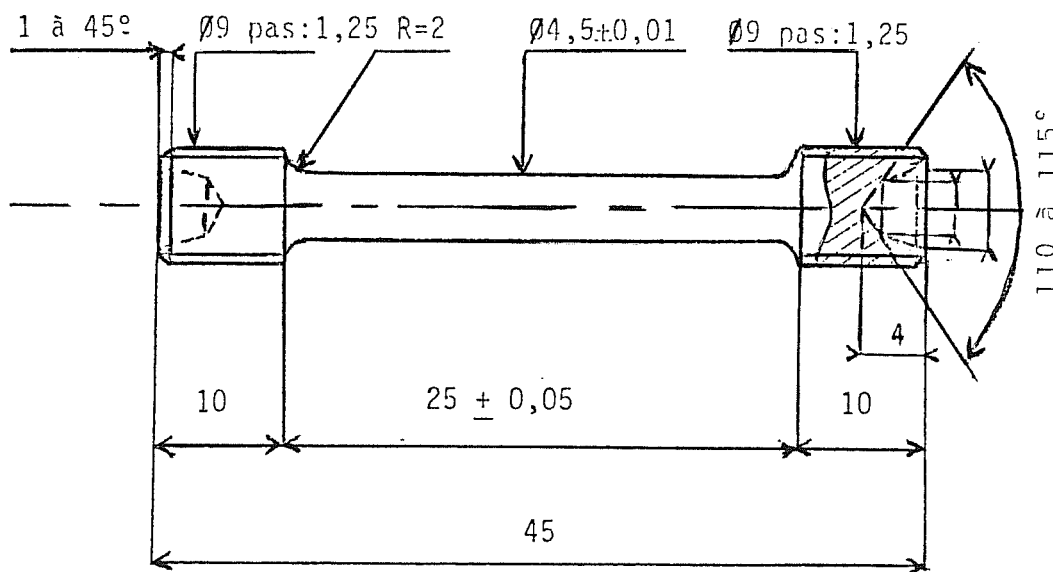


Fig. A.I.1. : Schéma des éprouvettes de fluage lisse utilisées dans cette étude.

Les essais de fluage sont ensuite effectués sur des machines à charge constante de type Adamel TAC ou SETRA. Un capteur LVDT placé entre deux palpeurs liés aux têtes de l'éprouvette permet de mesurer la déformation en cours d'essai.

A N N E X E A . I I .

ANALYSE D'IMAGES

L'analyseur d'images utilisé est un NACHET NS 1500 relié à un micro-ordinateur Apple IIe.

Les mesures sont effectuées sur des coupes longitudinales observées par microscopie électronique à balayage (Philips 501). Les échantillons sont au préalable polis jusqu'au diamant $1\text{ }\mu\text{m}$ et attaqués chimiquement à l'eau régale ($2/3\text{ HCl} + 1/3\text{ HNO}_3$) pour révéler la structure. Un nombre très important de champs sont analysés et la valeur finale du paramètre correspond en fait à une moyenne.

L'acquisition de l'image se fait par l'intermédiaire d'une caméra vidéo et est seuillée en niveaux de gris.

Les images digitalisées stockées sur disquettes sont ensuite traitées et certains paramètres peuvent ainsi être quantifiés.

A.II.1. NOMBRE DE CONNEXITE PAR UNITE DE SURFACE DE LA MATRICE γ

Ce paramètre se définit comme le nombre d'objets connexes moins le nombre de trous qu'ils comportent (81). Il traduit donc la continuité de la phase γ et est positif à l'état initial puisque la matrice enveloppe complètement la phase γ' . L'évaluation quantitative de $N(\gamma)$ permet de suivre l'évolution de la structure en radeaux tout au long du fluage. $N(\gamma)$ est évalué à partir du nombre de connexité du squelette de la phase. Le tableau A.II.1 rassemble les résultats obtenus sur les différents alliages utilisés dans cette étude.

A.II.2. TRAVERSEES MOYENNES DES PHASES γ ET γ' DANS UNE DIRECTION PARALLELE A L'AXE DE LA CONTRAINTE : $\bar{L}(\gamma)$ ET $\bar{L}(\gamma')$

Ces paramètres caractérisent la taille de la microstructure. Etant donné que l'épaisseur de la matrice est très faible pour les états peu déformés en tout début de fluage [$\bar{L}(\gamma) \simeq 0,1\text{ }\mu\text{m}$] il est nécessaire de choisir un

Alliage	Temps de fluage (h)	Déformation (%)	$N_c(\gamma)$ Nombre de connexité de la matrice γ par unité de surface (μm^{-2})	$\bar{L}(\gamma)$ (μm)	$\bar{L}(\gamma')$ (μm)
AM1 1050°C 140 MPa	6	0,10	+ 0,60 ± 0,07	0,16 ± 0,03	0,25 ± 0,025
	20	0,15	+ 0,286 ± 0,06	0,21 ± 0,025	0,24 ± 0,025
	118	0,58	+ 0,113 ± 0,02	0,20 ± 0,025	0,26 ± 0,01
	195	0,75	+ 0,05 ± 0,02	0,32 ± 0,035	0,36 ± 0,015
	360	14,50	+ 0,05 ± 0,02	0,66 ± 0,07	1,10 ± 0,035
AM1 + B 1050°C 140 MPa	6	0,18	> + 0,6 ± 0,07	0,10 ± 0,035	0,19 ± 0,03
	148	0,54	+ 0,018 ± 0,015	0,14 ± 0,025	0,20 ± 0,015
	310	2,30	- 0,082 ± 0,020	0,36 ± 0,06	0,86 ± 0,02
	390	9,60	+ 0,107 ± 0,05	0,61 ± 0,07	0,88 ± 0,04
AM1 + Mg 1050°C 140 MPa	17	0,26	+ 0,43 ± 0,06	0,16 ± 0,045	0,16 ± 0,035
	330	0,66	- 0,01 ± 0,01	0,44 ± 0,02	0,65 ± 0,01
	500	7,00	+ 0,01 ± 0,01	0,62 ± 0,05	1,20 ± 0,04
	15	0,14	+ 1,8 ± 0,045	0,06 ± 0,04	0,285 ± 0,025
CMSX-2 950°C 240 MPa	68	0,30	+ 0,65 ± 0,015	0,117 ± 0,03	0,35 ± 0,02
	143	1,10	- 0,29 ± 0,015	0,25 ± 0,02	0,39 ± 0,02
	345	35,00	- 0,014 ± 0,01	0,36 ± 0,05	0,40 ± 0,04
	15 min	0,10	+ 1,5 ± 0,05	0,097 ± 0,05	0,315 ± 0,03
CMSX-2 950°C 350 MPa	1	0,34	+ 0,6 ± 0,045	0,15 ± 0,045	0,311 ± 0,025
	27	3,00	+ 0,23 ± 0,025	0,224 ± 0,03	0,311 ± 0,02
	57	17,00	- 0,052 ± 0,02	0,274 ± 0,06	0,315 ± 0,035
	68	0,20	-	0,17 ± 0,035	-
AM1 950°C 240 MPa	280	2,30	-	0,29 ± 0,025	-
	420	6,20	-	0,33 ± 0,05	-
	500	26,70	-	0,42 ± 0,06	-

TABLEAU A.II.1 : Valeurs des paramètres $N_c(\gamma)$, $\bar{L}(\gamma)$ et $\bar{L}(\gamma')$ par analyse d'image.

grandissement tel que l'estimation de cette valeur dans ce cas ait un sens. Ainsi, une distance de $0,038 \mu\text{m}$ entre deux pixels voisins permet d'obtenir des résultats relativement fiables en début d'essai. Il fallait éviter de même un grandissement trop élevé car l'évolution de la microstructure est très importante (facteur 10). Ainsi, les mesures sur les états très déformés n'auraient plus aucun poids statistique. Toutes les valeurs de $\bar{L}(\gamma)$ et $\bar{L}(\gamma')$ déterminées au cours de ce travail apparaissent dans le Tableau A.II.1. ainsi que les écarts-type.

A N N E X E A . I I I .

MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION

Les observations ont été effectuées avec les microscopes Philips EM 300 ou Philips EM 430 opérant respectivement à une accélération de 100 kV et 300 kV.

L'utilisation d'une platine tilt / rotation permet d'orienter l'échantillon dans n'importe quelle direction de l'espace et de reproduire la projection stéréographique.

A.III.1. PREPARATION DES LAMES MINCES

Par électroérosion des cylindres de 3 mm de diamètre sont découpés du fût des éprouvettes.

A l'aide d'une microdécoupeuse, des tranches assez fines sont faites et amincies ensuite au papier SiC (grade 1200) jusqu'à une épaisseur de 0,10 mm environ.

L'amincissement final par polissage électrolytique est obtenu par la méthode du double jet dans une solution à 10% d'acide perchlorique et 45% d'acide acétique dans du butoxyéthanol. La tension appliquée est de 40 V et la température du bain de l'ordre de 5°C.

A.III.2. CONTRASTE DE DIFFRACTION

L'image dans ce mode de fonctionnement est obtenue en sélectionnant à l'aide d'un diaphragme objectif placé dans le plan focal de la lentille objectif le faisceau transmis ou le faisceau diffracté. Le contraste obtenu n'est plus seulement un contraste d'absorption mais de diffraction. Il est nécessaire de faire appel à des théories d'interaction électron-matière pour l'interprétation des images. La théorie cinématique permet d'effectuer une correspondance simple entre l'objet et le contraste observé.

L'identification des défauts a donc été effectuée par cette technique.

A.III.2.1. Détermination du vecteur de Burgers

En utilisant la platine tilt-rotation, il devient toujours possible d'examiner une même zone sous des conditions de diffraction différentes. En particulier, grâce au critère d'invisibilité $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, on pourra déduire le vecteur de Burgers b de la dislocation.

A.III.2.2. Identification des directions et des plans

Par la méthode de Head et coll. (82), l'orientation des lignes de dislocations est parfaitement établie en travaillant sur de nombreux clichés sous des conditions de diffraction diverses.

Enfin, le plan dans lequel elles se trouvent s'identifie rapidement lorsque l'on connaît deux directions appartenant à ce même plan.

A N N E X E A . I V .

DETECTION DU BORE PAR SPECTROMETRIE DES PERTES D'ENERGIE

A.IV.1. PRINCIPE DE LA METHODE

La spectrométrie par pertes d'énergie des électrons est utilisée en particulier pour la détection d'éléments légers tels que le carbone, le bore et l'oxygène (83, 84).

Lorsqu'il traverse l'objet, à la suite de son interaction avec les divers éléments de celui-ci, l'électron a une forte probabilité de perdre une partie de son énergie. Ces pertes d'énergie discrètes sont caractéristiques du type d'atome rencontré. La microscopie avec analyse et sélection d'énergie permet d'obtenir des données sur la composition chimique locale.

Nous allons passer en revue les divers processus de diffusion qu'un électron peut subir en traversant un objet. Ils se répartissent en 3 groupes auxquels correspondent des modifications d'énergie différentes :

- **élastique** : diffusion en milieu amorphe ou cristallin qui se fait évidemment sans perte d'énergie,
- **quasi-élastique** : diffusion qui s'accompagne d'un ΔE lié à l'énergie de création ou d'annihilation d'un phonon. Cette perte d'énergie est très faible (de l'ordre de $\frac{1}{10}$ eV) ce qui est largement inférieur au pouvoir de résolution des systèmes dispersifs qui est plutôt de l'ordre de 1 eV,
- **inélastique** : diffusion ayant deux origines :
 - 1) diffusion due à l'excitation sélective du nuage électronique. C'est ce qu'on appelle les phonons et les pertes d'énergie associées sont de quelques eV à quelques dizaines d'eV,
 - 2) diffusion due à l'excitation d'électron individuel. Si l'électron appartient à une couche externe, elle s'accompagne d'une perte d'énergie de quelques eV. Pour les électrons des couches profondes, ΔE peut atteindre quelques keV pour les éléments à Z (n° atomique) élevé.

La spectrométrie des pertes d'énergie permet donc l'étude de la distribution énergétique des électrons transmis. Cette méthode est unique pour

la détection d'éléments de faible numéro atomique comme le Bore car la probabilité d'exciter un électron d'une couche particulière d'un atome est proportionnelle à $Z^{-2/3}$.

La résolution spatiale est de 100 Å et la résolution en énergie est proche de 2 eV. Les manipulations ont été effectuées sur un microscope électronique à transmission "PHILIPS EM 430" atteignant une tension de 300 kV.

A.IV.2. ETUDE DES "PRECIPITES"

Nous avons déjà remarqué la présence de microprécipités sphériques dans des lames $\langle 001 \rangle$ de l'alliage au Bore flué jusqu'à 0,18% de déformation (Fig. III.18). Ces "précipités" ont donc été étudiés par EELS ainsi que ceux présents dans une lame $\langle 100 \rangle$ de l'alliage au Bore flué jusqu'à 2,3% de déformation.

La figure A.IV.1 présente une vue générale de la lame où plusieurs choses sont à remarquer :

- sur cette coupe longitudinale (100), on voit très nettement la structure en radeaux. Aux frontières des deux phases, on distingue les réseaux de dislocations qui tapissent les interfaces (001) qui se trouvent quasi-verticales;
- beaucoup de dislocations groupées par paires sont visibles dans la phase γ' qui est cisailée à ce stade de déformation élevée. Elles paraissent toutes être orientées le long des directions $[110]$ ou $[\bar{1}\bar{1}0]$.
- près des interfaces γ/γ' s'accumulent des précipités d'une taille variant entre 0,02 μm et 0,1 μm . Nous avons donc pensé que ces précipités pouvaient être des borures. Etant donné que l'épaisseur de la zone à étudier doit être extrêmement faible pour effectuer une spectrométrie EELS, nous avons donc analysé un précipité situé tout juste au bord du trou de la lame ainsi que les zones avoisinantes.

La figure A.IV.2 représente un spectre obtenu sur un de ces précipités. On remarque plusieurs pics caractéristiques dont celui du Bore pour lequel la raie K se situe aux environs de 188 eV (85) (voir encadré de la figure A.IV.2).

On distingue un pic pour le carbone mais qui correspond en fait à la contamination de la lame. Enfin, un pic qui semble intéressant est celui du chrome.

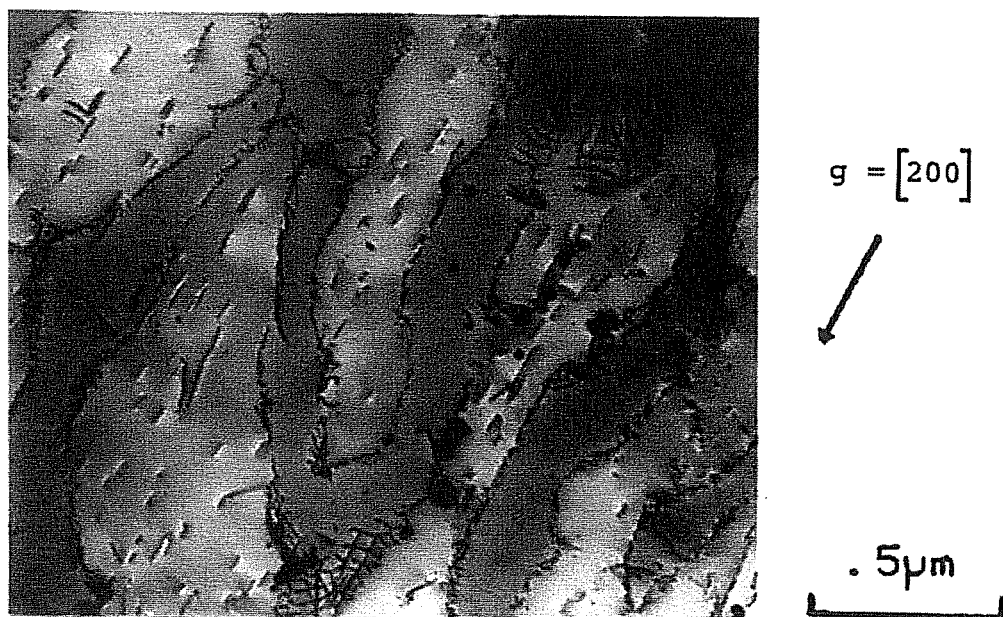


Figure A.IV.1 : Lamme [100] de l'alliage AM1 + B flué à 1050°C sous 140 MPa.
 $\epsilon_f = 2.3\%$ (310h).

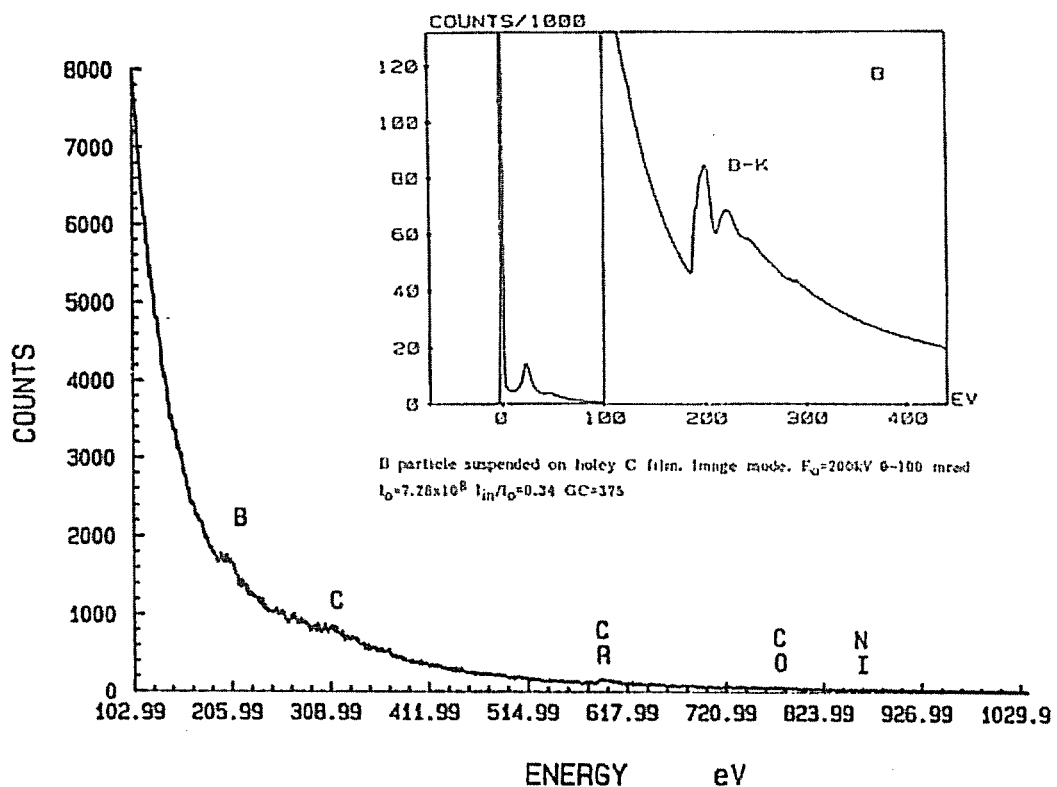


Figure A.IV.2 : Spectre EELS obtenu sur un microprécipité dans l'alliage
 AM1 + B flué jusqu'à 2.3%.

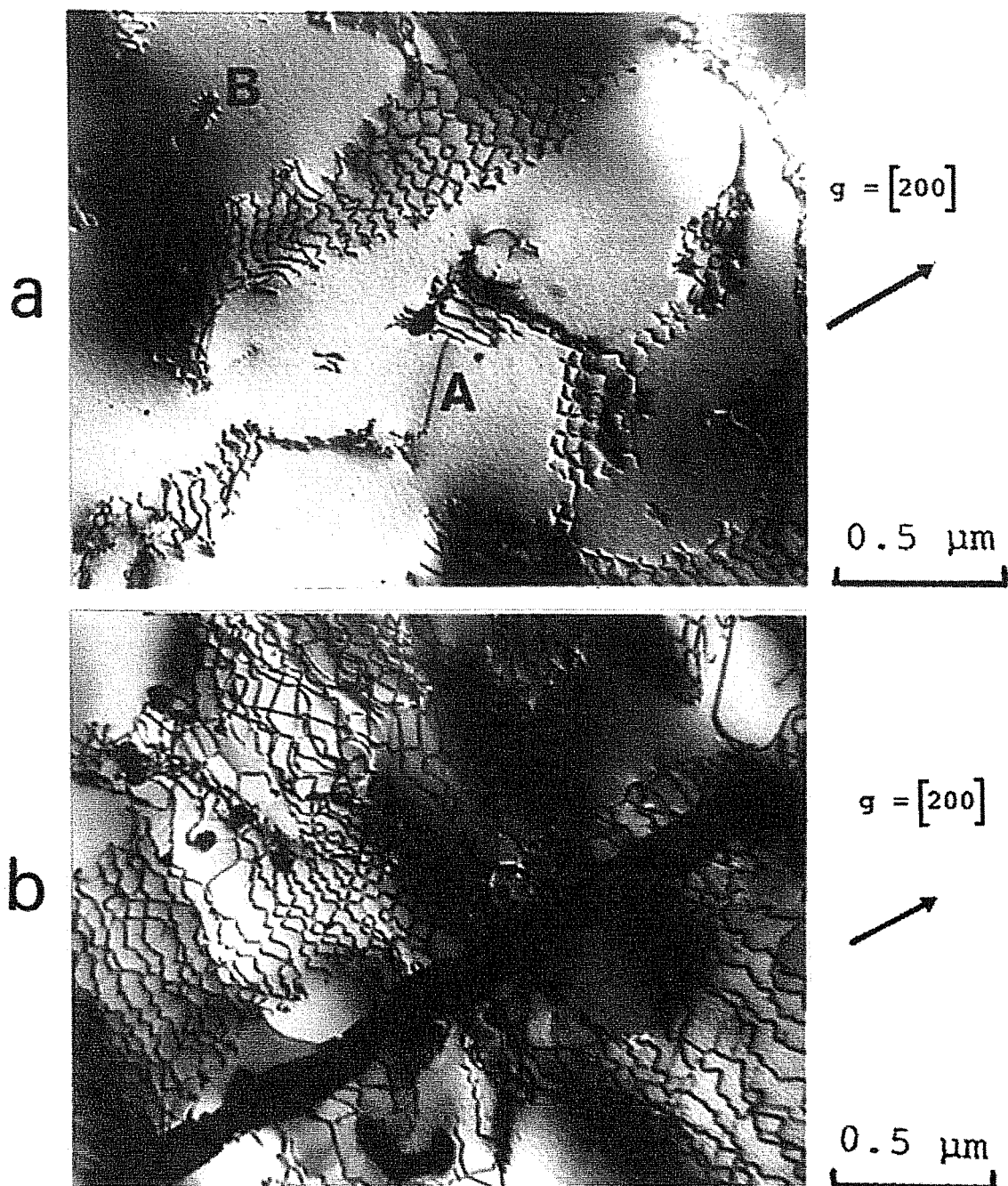


Figure A.IV.3 : Réseaux de dislocations dans l'AM1 + B flué à 1050°C sous 140 MPa jusqu'à 0.54% de déformation (148h). Lamé [001].

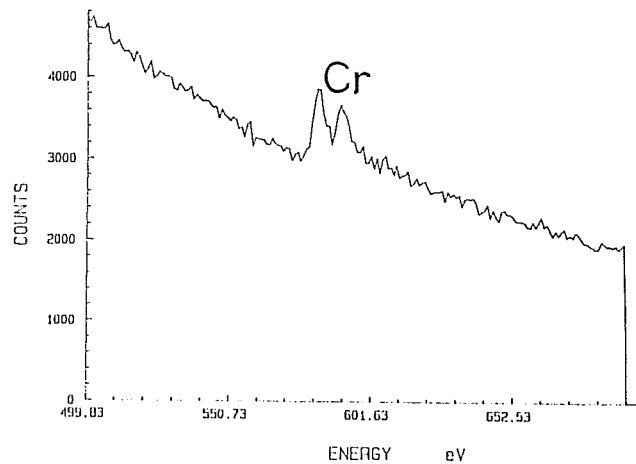
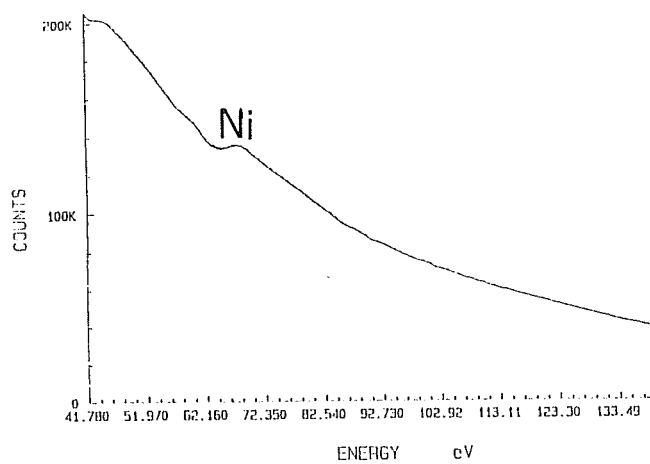


Figure A.IV.6 : Spectre EELS dans la matrice γ .

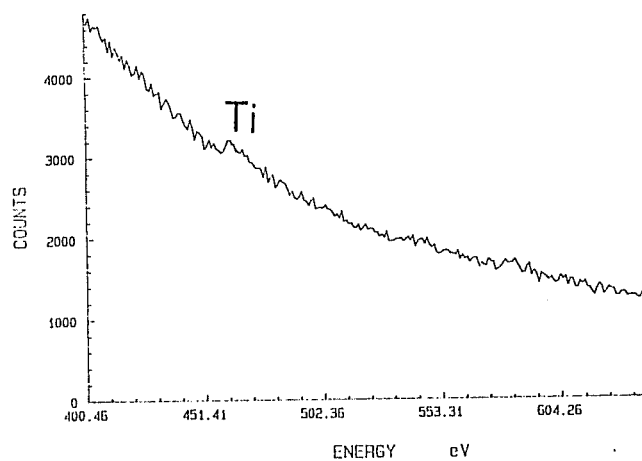
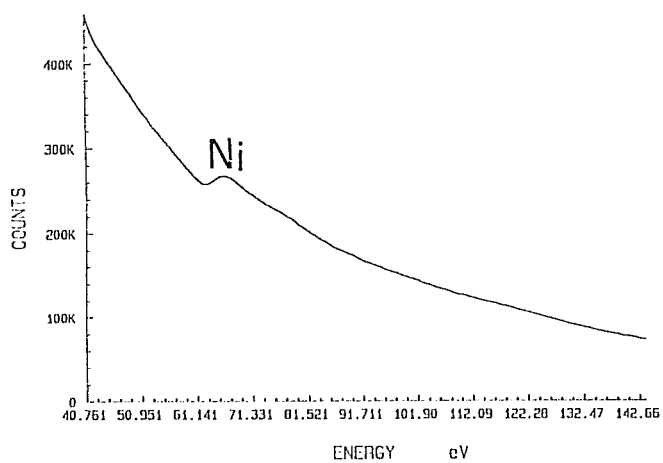


Figure A.IV.7 : Spectre EELS dans la phase γ' .

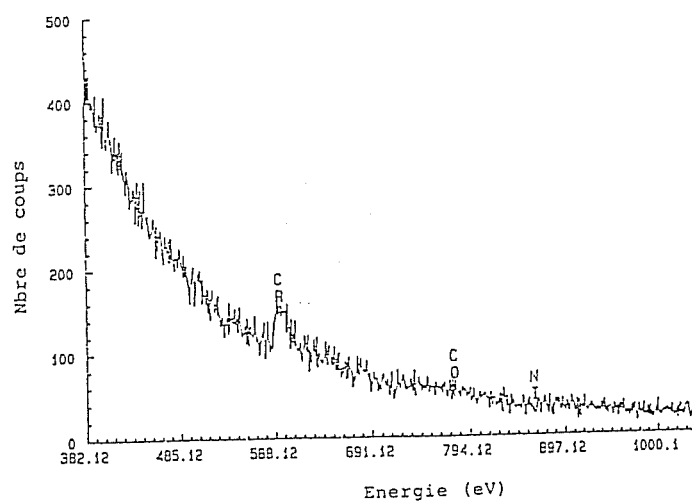
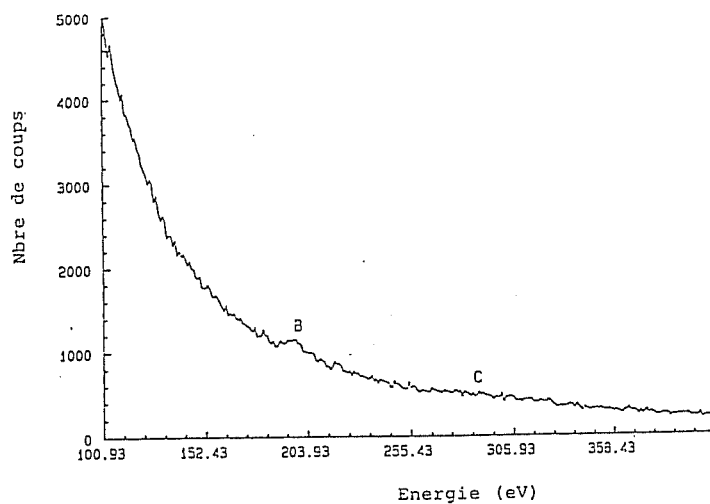


Figure A.IV.4 : Spectre EELS obtenu dans un précipité de la lame de la figure précédente A.IV.3.

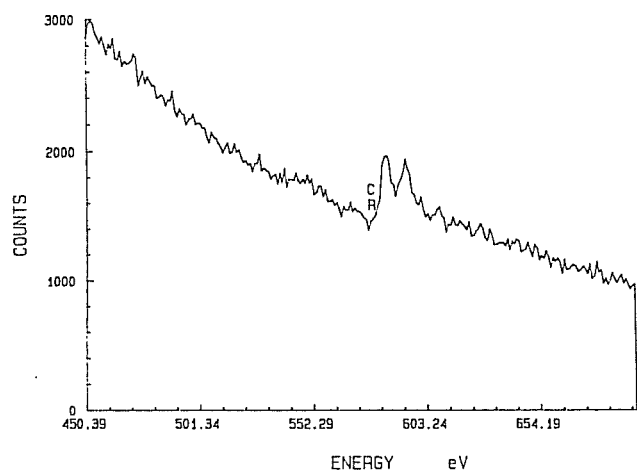
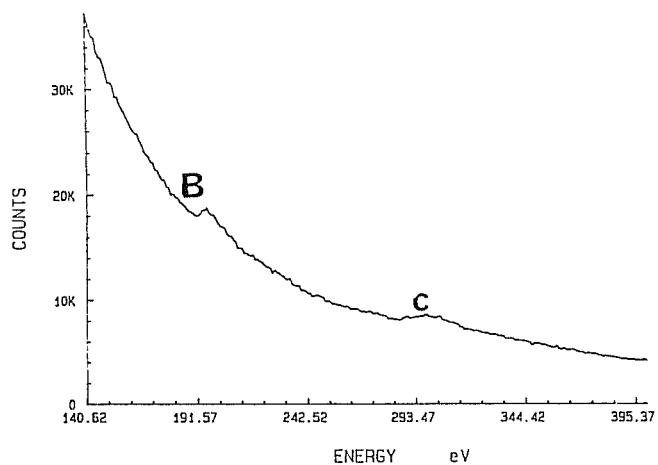


Figure A.IV.5 : Spectre obtenu sur un autre précipité.

Le spectre EELS dans la matrice juste à côté de ce même précipité ne présente pas de pic caractéristique pour le Bore.

Pour vérifier la présence de borures dans l'alliage, nous avons voulu effectuer ces mêmes analyses mais sur d'autres états de déformation (figure A.IV.3).

Comme c'est une lame d'orientation $\langle 001 \rangle$, on voit parfaitement les réseaux statiques de dislocations aux interfaces γ/γ' . Notons que l'on retrouve bien les mêmes précipités sphériques (A.IV.3 b).

La phase γ' est cisailée par des paires de dislocations parfaites (voir A sur figure A.IV.3). Enfin, il faut remarquer qu'autour des précipités se trouvant dans la phase γ' (cf. B sur figure A.IV.3 a) apparaissent des dislocations.

Les spectres de la figure A.IV.4 confirment les résultats précédents car on obtient encore un pic pour le bore et l'agrandissement du spectre pour des énergies plus élevées (figure A.IV.4 b) révèle aussi la raie caractéristique du chrome.

De même, sur la figure A.IV.5, les pics correspondant à nouveau au bore et au chrome apparaissent mais la résolution est meilleure. Donc ces précipités s'identifient bien à des borures.

A.IV.3. ETUDE DE LA MATRICE γ , DE LA PHASE γ' ET DES INTERFACES γ/γ' (100).

Nous avons tenté de détecter le Bore dans les interfaces γ/γ' afin de vérifier s'il a ségrégré pendant le fluage. L'examen des spectres donnés sur les figures A.IV.6, A.IV.7 et A.IV.8 permet de constater que certains éléments se trouvent préférentiellement dans une phase ou dans une autre. Le tableau suivant résume ces observations :

	Eléments détectés
Matrice γ	Ni - Cr
Phase γ'	Ni - Ti
Interfaces	Ni - Cr

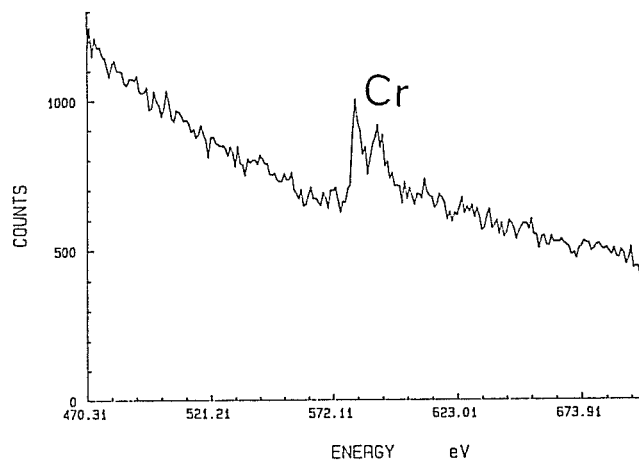
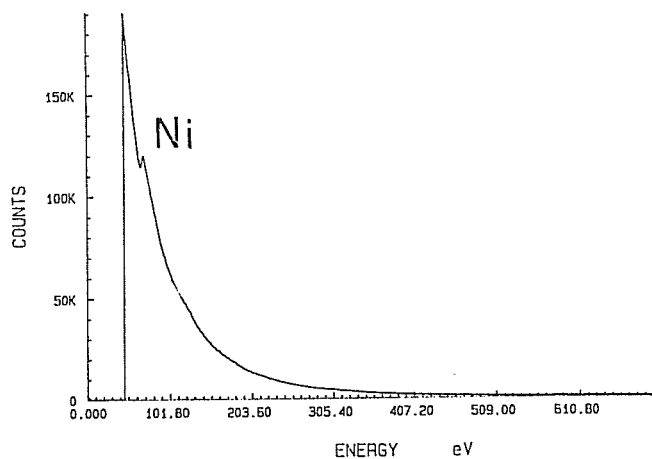


Figure A.IV.8 : Spectre EELS dans les interfaces γ/γ' .

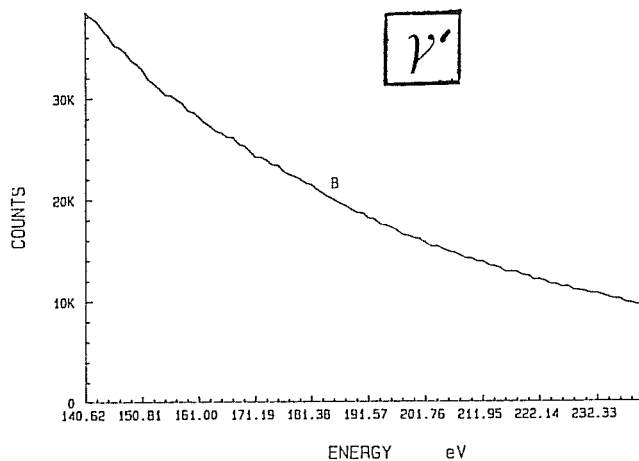
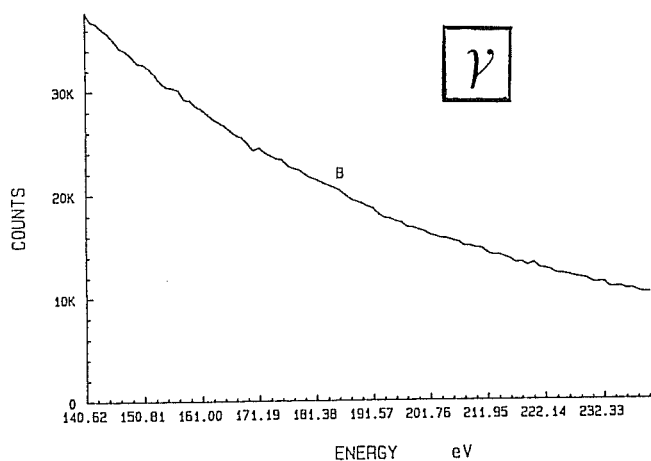
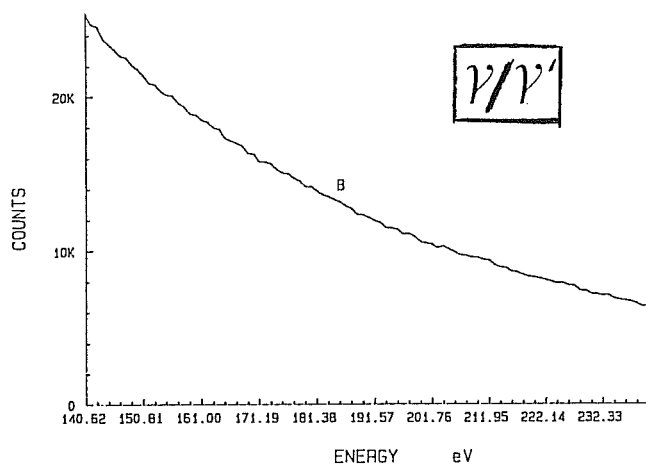


Figure A.IV.9 : Absence de Bore sur le spectre EELS dans les interfaces γ/γ' , γ , γ' .

Ces résultats n'ont rien de surprenant étant donné qu'ils concernent des éléments majeurs. Par contre le Bore n'a pu être décelé dans aucun cas comme l'indique la figure A.IV.9 où aucune variation n'apparaît.

Donc, à part les borures qui ont été observés dans toutes les lames étudiées, aucune autre preuve de la présence du Bore dans les interfaces γ/γ' n'a été apportée.

Néanmoins, les microprécipités que l'on n'observe pas avant l'essai de fluage proviennent probablement de l'agglomération d'atomes de Bore à l'origine en solution solide qui ont diffusé sur les dislocations.

